



**PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO PARANÁ**

**ESCOLA DE SAÚDE E BIOCÊNCIAS**

**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**

**ÁREA DE CONCENTRAÇÃO DENTÍSTICA**

**MARTA FÁVARO COSTA CESÁRIO PEREIRA**

**MICRODUREZA DE RESINAS COMPOSTAS EM FUNÇÃO  
DO CONTEÚDO INORGÂNICO**

**Curitiba**  
**2015**

**MARTA FÁVARO COSTA CESÁRIO PEREIRA**

**MICRODUREZA DE RESINAS COMPOSTAS EM FUNÇÃO  
DO CONTEÚDO INORGÂNICO**

**Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica do Paraná, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia, Área de Concentração em Dentística**

**Orientador: Prof. Dr. Sérgio Vieira**

**Curitiba**

**2015**

Dados da Catalogação na Publicação  
Pontifícia Universidade Católica do Paraná  
Sistema Integrado de Bibliotecas – SIBI/PUCPR  
Biblioteca Central

P436m  
2015

Pereira, Marta Fávaro Costa Cesário  
Microdureza de resinas compostas em função do conteúdo inorgânico /  
Marta Fávaro Costa Cesário Pereira ; orientador, Sérgio Vieira. – 2015.  
60 f. : il. ; 30 cm

Dissertação (mestrado) – Pontifícia Universidade Católica do Paraná,  
Curitiba, 2015  
Inclui bibliografias  
Texto em português e inglês

1. Resinas compostas – Propriedades mecânicas. 2. Resinas dentárias.  
4. Odontologia. I. Vieira, Sérgio Roberto, 1960-. II. Pontifícia Universidade  
Católica do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. III. Título.

CDD 20. ed. – 617.6


## TERMO DE APROVAÇÃO


**MARTA FÁVARO COSTA CESÁRIO PEREIRA**


### **MICRODUREZA DE RESINAS COMPOSTAS EM FUNÇÃO DO CONTEÚDO INORGÂNICO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica do Paraná, como parte dos requisitos parciais para a obtenção do Título de **Mestre em Odontologia**, Área de Concentração em **Dentística**.

Orientador(a):

  
Prof. Dr. Sérgio Vieira  
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, PUCPR

  
Prof. Dr. Rui Fernando Mazur  
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, PUCPR

  
Profª Drª Carla Castiglia Gonzaga  
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, UP

Curitiba, 21 de setembro de 2015.

Não sou obrigado a vencer  
mas tenho o dever de ser verdadeiro.

Não sou obrigado a ter sucesso  
mas tenho o dever de corresponder à luz que tenho.

*Abraham Lincoln*

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus por sempre me colocar no caminho certo, na hora certa.

À minha família, Carlos, André, Adriano e Alberto, minha inspiração para sempre continuar caminhando.

Ao meu orientador, Sérgio Vieira, por acreditar que eu seria capaz de atingir os objetivos.

Aos professores do Mestrado em Dentística, Evelise, Rui, Rodrigo e Andréa pela paciência e dedicação em ensinar.

Ao professor Sérgio Ignácio pela realização da análise estatística.

À amiga do doutorado, Elisa Balbinot, pela amizade e parceria nesse projeto que criamos juntas.

À minha querida turma, Berthyelle, Gabriela, Viviane e Raquel pela ajuda e companhia em todos os momentos que estivemos juntas durante esses anos.

A Sra. Neide Reis Borges e Sra. Flávia Beuting Pereira, secretárias da pós-graduação, pelo atendimento sempre rápido, educado e eficiente que disponibilizam aos alunos.

A Sra. Nilce Maria Reis, da clínica de pós-graduação, pelo auxílio nos momentos de atendimento aos pacientes.

Ao Sr. Cleomar pela disposição em sempre ajudar na execução dos testes de laboratório.

## SUMÁRIO

ARTIGO EM PORTUGUÊS .....	1
Página título .....	1
Resumo .....	2
Introdução.....	3
Material e Método .....	5
Resultados.....	8
Discussão .....	11
Conclusão.....	16
Referências.....	17
Anexos .....	20
Fotos.....	20
Análise estatística.....	23
Resumo artigos .....	24
Normas publicação.....	38
ARTIGO EM INGLÊS.....	42
Title page .....	42
Abstract.....	43
Introduction .....	44
Material and Methods .....	46
Results.....	49
Discussion .....	52
Conclusions .....	57
References .....	58

1 **ARTIGO EM PORTUGUÊS**

2

3 **Página Título**

4

5 Título: Microdureza de resinas compostas em função do conteúdo inorgânico.

6

7

8 Título curto: Microdureza e conteúdo inorgânico.

9

10

11

12 **Marta Fávaro Costa Cesário Pereira**

13 C.D., Especialista, Mestranda em Odontologia.

14 Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Área de Concentração em  
15 Dentística, Escola de Saúde e Biociências, Pontifícia Universidade Católica do  
16 Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil.

17

18

19 **Sérgio Vieira** (autor correspondente)

20 C.D., Especialista, Mestre e Doutor em Odontologia.

21 Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Área de Concentração em  
22 Dentística, Escola de Saúde e Biociências, Pontifícia Universidade Católica do  
23 Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil.

24 Rua Imaculada Conceição, 1155 - Prado Velho.

25 CEP: 80215-901 Curitiba - PR - Brasil

26 Tel: +55 (41) 3271-1637; Fax: +55 (41) 3271-1405

27 E-mail: s.vieira@pucpr.com.br

28



## 1 **Resumo**

2  
3 O objetivo deste estudo foi avaliar a microdureza Knoop (KHN-Kg/mm<sup>2</sup>) na  
4 superfície topo e base de resinas compostas em função do conteúdo inorgânico  
5 (%). Foram avaliadas onze resinas compostas, na cor A2: Filtek Z250 XT (Z250),  
6 Filtek Z350 XT (Z350), Venus (VEN), Charisma (CHA), Charisma Opal (CHAO),  
7 Charisma Diamond (CHAD), Opallis (OPAL), Esthet-X HD (ESTH), Premisa  
8 (PRE), Brilliant NG (BRIL) e TPH3 (TPH). Para KHN foi utilizada carga constante  
9 de 200 g por 20 seg e seus valores obtidos após armazenamento em ambiente  
10 escuro, a 37°C por 24h em alta umidade relativa. Posteriormente, os espécimes  
11 foram incinerados para a verificação do conteúdo inorgânico. Os dados de KHN  
12 superfície topo e base foram submetidos à ANOVA dois fatores e Tukey HSD, e  
13 para a correlação KHN e conteúdo inorgânico foi utilizado o teste de Correlação  
14 de Pearson. O nível de significância adotado em todos os testes foi  $\alpha=5\%$ . Para  
15 microdureza topo e base a resina Z250 apresentou os maiores valores médios  
16 (topo = 92,07 kg/mm<sup>2</sup>, base = 69,38 kg/mm<sup>2</sup>) e a resina OPAL os menores  
17 valores (topo = 46,97 kg/mm<sup>2</sup>, base = 25,81 kg/mm<sup>2</sup>). O conteúdo inorgânico  
18 variou de 77,62% a 68,77% com CHAD apresentando a maior porcentagem e a  
19 menor para OPAL. Em conclusão, a correlação entre variável microdureza e  
20 conteúdo inorgânico é material dependente visto que neste estudo, na maioria  
21 das resinas compostas avaliadas houve aumento de microdureza com aumento  
22 do conteúdo inorgânico e microdureza topo foi maior que base independente da  
23 resina composta.

24  
25  
26  
27 *Palavras-chave: dureza, resina composta, tamanho de partícula.*

28  
29  
30  
31 **Significância clínica:** O estudo pode auxiliar o clínico na escolha de resinas  
32 compostas com melhores propriedades mecânicas, que levam ao melhor  
33 desempenho clínico e maior longevidade.

34

## 1 Introdução

2 Desde que as primeiras resinas compostas foram desenvolvidas, muitos  
3 esforços para melhorar seu desempenho clínico têm sido realizados.<sup>1,2</sup> Elas são  
4 constituídas de uma matriz polimérica misturada com cargas inorgânicas  
5 reforçadas com silano, que promove uma ligação entre a matriz orgânica e as  
6 cargas.<sup>3,4</sup> Pesquisas sobre a matriz das resinas compostas são principalmente  
7 baseadas no desenvolvimento de novos monômeros enquanto estudos sobre o  
8 conteúdo de carga focam na quantidade, tamanho das partículas, silanização e  
9 sobre o desenvolvimento de novas partículas.<sup>1</sup> Tais estudos são de grande  
10 importância porque as propriedades mecânicas, como força de compressão,  
11 dureza, força flexural e módulo de elasticidade das resinas compostas dependem  
12 grandemente da quantidade, tamanho e forma das partículas de carga.<sup>1,2</sup>

13 Vários sistemas de classificação para resinas compostas foram  
14 desenvolvidos, baseados no tamanho das partículas de carga.<sup>4,5</sup> Segundo  
15 Ferracane,<sup>6</sup> dentro de cada tipo de compósito, os materiais se distinguem pelas  
16 características de suas cargas de reforço, e em particular pelo seu tamanho.  
17 Resinas microparticuladas possuem cargas de sílica de 40-50 nm e resinas  
18 microhíbridas apresentam partículas de vidro de 0,4-1 µm acrescidas de  
19 partículas de sílica de 40 nm; e a mais recente inovação tem sido o  
20 desenvolvimento de compósitos nanoparticulados, contendo somente partículas  
21 que incluem média de tamanho de 1-100 nm.<sup>6</sup> Muitos fabricantes tem modificado  
22 a formulação de suas microhíbridas para incluir mais nanopartículas, e este grupo  
23 tem sido chamado de resina nanohíbrida. Os materiais nanoparticulados e  
24 nanohíbridos representam o estado da arte em termos de formulação da carga.<sup>6,7</sup>  
25 Os nanocompósitos estão disponíveis como os tipos nanohíbridos contendo  
26 partículas de vidro pulverizado e discretas nanopartículas e os tipos  
27 nanoparticulados que contém partículas em tamanho nano e aglomerados  
28 destas partículas.<sup>7,8</sup>

29 A efetividade de polimerização de uma resina composta pode ser avaliada  
30 por métodos diretos ou indiretos e, entre os métodos indiretos, os mais usados  
31 são os testes de microdureza com endentadores Knoop e Vickers.<sup>9</sup> A dureza de  
32 um compósito é uma qualidade do material que resiste as forças de degradação

1 e melhora a função da restauração sendo o teste de microdureza um método  
2 relativamente simples e confiável de resultados.<sup>10,11</sup>

3 As propriedades mecânicas são principalmente relacionadas ao conteúdo  
4 de carga, com os compósitos tendo mais carga sendo mais fortes, mais rígidos e  
5 mais resistentes.<sup>6</sup> Portanto, o objetivo dos fabricantes é maximizar a quantidade  
6 de carga e minimizar o tamanho das partículas sem prejudicar outras  
7 propriedades.<sup>5</sup> A porcentagem de carga pode ser expressa por massa ou por  
8 volume e ambos são usados para estudar a influência da quantidade de carga  
9 sobre propriedades mecânicas.<sup>3</sup>

10 Compósitos dentais atuais têm propriedades mecânicas adequadas para o  
11 uso em todas as áreas da boca, mas a preocupação ainda persiste quando os  
12 materiais são colocados em situação de alto estresse, especialmente em  
13 pacientes com bruxismo ou hábitos parafuncionais, principalmente em relação a  
14 fratura e desgaste.<sup>6</sup> O desgaste é considerado um problema menor para os  
15 compósitos atuais, em grande parte devido ao tamanho das partículas e com  
16 significativa redução da intensidade do desgaste abrasivo. Entretanto, quando  
17 colocado em restaurações amplas, em vários dentes em um quadrante, e quando  
18 usadas para reconstituir cúspides, o desgaste desses materiais ainda demanda  
19 atenção.<sup>6</sup>

20 O objetivo deste estudo foi avaliar a microdureza no topo e base de  
21 resinas compostas, em relação ao conteúdo inorgânico.

22 As hipóteses nulas testadas no estudo foram:

23 1) Não existe diferença significativa nos valores médios da variável  
24 Microdureza (KHN) com relação a Posição (topo e base), independente da  
25 resina.

26 2) Não existe correlação significativa entre as variáveis Microdureza  
27 (KHN) e Conteúdo Inorgânico (%).

28

# 1 Materiais e Métodos

2 As 11 resinas compostas na cor A2 avaliadas nesse estudo são  
3 apresentadas na Tabela 1.

4 Tabela1: Descrição das resinas utilizadas no estudo.

Produto Fabricante	Lote	Matriz	Fotoiniciador	Carga	Conteúdo Inorgânico (Massa)
Filtek Z250 XT <b>(Z250)</b> 3M Espe, St. Paul, MN, EUA	1326700385	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, PEGDMA Bis-EMA	NI*	Sílica 0,2 nm Zircônia/Sílica 0,1-10 µm	81,8%
Filtek Z350 XT <b>(Z350)</b> 3M Espe, St. Paul, MN, EUA	1320400385	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, PEGDMA, Bis-EMA	NI*	Sílica 0,2 µm Zircônia 4-11 µm	78,5%
Venus <b>(VES)</b> Heraus-Kulzer, Hanau, Alemanha	10406	Bis-GMA	NI*	Vidro barioaluminiofluoretado ø 0,7 µm; máx < 2 µm Dióxido de silício disperso ø 0,04 µm	78%
Charisma <b>(CHA)</b> Heraus-Kulzer, Hanau, Alemanha	10600	Bis-GMA	NI*	Vidro barioaluminiofluoretado 0,02-2 µm Dióxido de silício altamente disperso 0,02-0,07 µm	78%
Charisma Opal <b>(CHAO)</b> Heraus-Kulzer, Hanau, Alemanha	10101	Bis-GMA	NI*	Vidro de bario-alumínio 0,02-2 µm Sílica altamente dispersa 0,02-0,07 µm	78%
Charisma Diamond <b>(CHAD)</b> Heraus-Kulzer, Hanau, Alemanha	10045	TCI-DI-HEA de UDMA	NI*	Cargas de 5 nm-20 µm Vidro de fluoreto de bário e alumínio Nano partículas altamente discretas	82%
Opallis <b>(OPAL)</b> FGM Joinville, SC, Brasil	200513	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, Bis-EMA	Canforoquinona	Vidro de Bário-Alumino silicato Nanopartícula de dióxido de silício Partículas de 40nm a 3,0 µm e tamanho médio de 0,5 µm	78,5% a 79,8%
Esthet-X HD <b>(ESTH)</b> Dentsply, Milford, DE, EUA	951136G	Bis-GMA, TEGDMA, Bis-EMA	Canforoquinona	Vidro de Fluoroborosilicato de Bário 0,4 a 0,7 µm e Nanosílica 0,04 µm	NI*
TPH3 <b>(TPH)</b> Dentsply, York, PA, EUA	9455916	Bis-GMA	NI*	Vidro de Bário Alumínio Borosilicato silanizado Vidro de Bário Flúor Alumínio Borosilicato silanizado Sílica	75%
Brilliant NG <b>(BRIL)</b> Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brasil	1304744	Bis-GMA, TEGDMA, Bis-EMA,	NI*	Partículas de 0,1-2,5 µm Tamanho médio 0,6 µm	80%
Premisa <b>(PRE)</b> Kerr, Orange, CA, EUA	5024796	Bis-GMA, TEGDMA	Canforoquinona	Vidro de Bário Aluminoborossilicato com nanocarga de sílica	84%

5 Dados fornecidos pelo fabricante

\* Não informado

## 1 *Microdureza Knoop*

2 Dez espécimes de cada resina composta foram confeccionados em um  
3 molde metálico bipartido de 5 mm de diâmetro x 2 mm de espessura. Em  
4 ambiente com pouca luz o molde foi colocado sobre uma lamínula de vidro  
5 (Kasvi, Curitiba, PR, Brasil), com espessura variando de 0,13 a 0,16 mm, coberta  
6 por uma tira de poliéster (Maquira, Maringá, PR, Brasil). A resina composta foi  
7 inserida em incremento único para evitar a inclusão de bolhas. A superfície  
8 superior do molde foi coberta com outra tira de poliéster seguida de uma lamínula  
9 de vidro e todo o conjunto foi pressionado por grampos durante 15 seg. Cada  
10 espécime foi fotoativado na superfície topo com uma fonte de luz led Raddi-call  
11 (SDI, Bayswater, Victoria, Austrália) por 40 seg com intensidade de luz de 1200  
12 mW/cm<sup>2</sup> padronizando a incidência de luz perpendicular a superfície da amostra.  
13 Após a polimerização os espécimes foram removidos cuidadosamente do molde,  
14 a base marcada com caneta permanente, os excessos removidos com o auxílio  
15 de lâmina de bisturi número 15 (BD Company, Franklin Lakes, NJ, EUA) e  
16 armazenados em ambiente escuro por 24 h a 37°C, em alta umidade relativa a  
17 fim de aguardar a conversão do monômero.

18 Após 24 h, o topo de cada espécime foi lixado manualmente por 30 seg  
19 com lixas SiC (3M do Brasil, Sumaré, SP, Brasil) nas granulações de 1200, 1500  
20 e 2000 na presença de água. Na sequência foi realizado o polimento dos  
21 espécimes com feltro e pasta de diamante (Arotec, Cotia, SP, Brasil) na grana 1 e  
22 1/4 por 1 min. Entre cada lixa e cada pasta as amostras foram agitadas em  
23 ultrassom com água destilada.

24 O teste de microdureza (HMV-2T, Shimadzu, Tóquio, Japão) foi realizado  
25 com o endentador Knoop com aplicação de carga constante de 200 g por 20 seg  
26 realizando cinco endentações na superfície topo e cinco na base de cada  
27 espécime com distância de 1,5 mm entre elas. Para evitar erros de leitura as  
28 medidas de microdureza topo e base ficaram a uma distância de 1,0 mm da  
29 periferia para evitar qualquer possível efeito do molde metálico sobre a  
30 polimerização da resina composta.<sup>11,12</sup> Para todos os espécimes as distâncias e  
31 localização das endentações foram similares.<sup>11,12</sup> Os valores finais de  
32 microdureza Knoop (KHN-kg/mm<sup>2</sup>) foram obtidos das médias dessas cinco  
33 medidas.

34

### 1 *Relação topo-base*

2 Para determinar os valores da relação topo-base de cada resina composta  
3 foi usada a fórmula:

$$4 \quad X (\%) = 100 \times \left( \frac{\text{Base}}{\text{Topo}} \right)$$

### 9 *Fração das partículas em massa*

10 90 mg de cada resina composta foi preparada, seguindo a mesma  
11 metodologia dos espécimes da avaliação de microdureza Knoop, para a  
12 realização da queima. Os espécimes foram pesados em balança analítica  
13 Explorer (Ohaus, Union, NJ, EUA) para determinar a massa da resina composta  
14 polimerizada. Para eliminar a fase orgânica, os espécimes foram queimados em  
15 mufla (Jung, Blumenau, SC, Brasil) a 900°C por 60 min com aquecimento de  
16 60°C por min. Após a queima os espécimes foram levados ao dessecador para o  
17 resfriamento por 120 min e posteriormente pesado novamente para determinar a  
18 massa das partículas de carga. O valor final para determinar a porcentagem em  
19 massa da porção inorgânica foi calculado usando a seguinte fórmula:

$$22 \quad X (\text{inorgânica}) = \frac{100\% (\text{orgânica} + \text{inorgânica}) \times \text{massa resina após a queima}}{\text{massa resina antes da queima}}$$

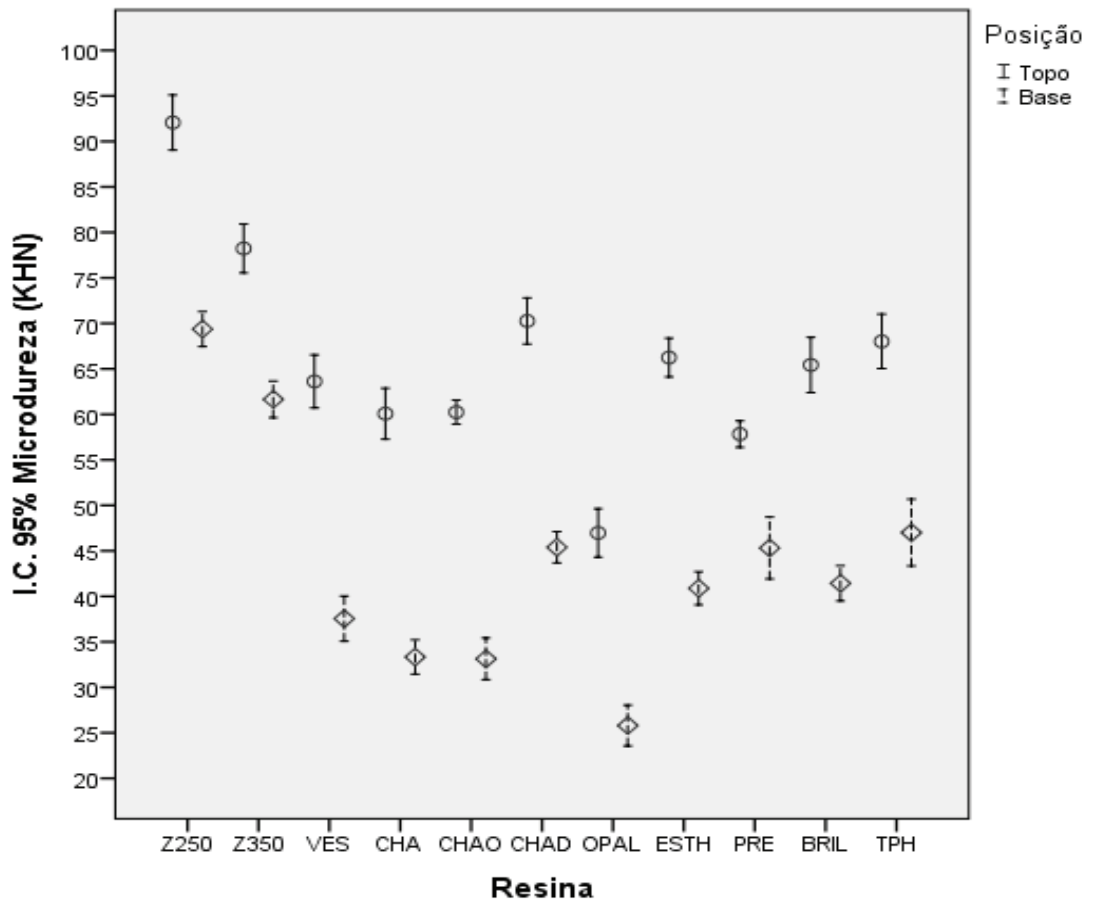
### 26 *Análise estatística*

27 Para a primeira hipótese utilizou-se os testes de Shapiro-Wilk para verificar  
28 a normalidade, Levene para avaliar homogeneidade de variância, ANOVA dois  
29 fatores para ver se existia diferença entre os dados, e Tukey HSD para  
30 comparações múltiplas. Para a verificação da segunda hipótese foi utilizado teste  
31 de Shapiro-Wilk e Correlação de Pearson. Todos os testes tiveram nível de  
32 significância de 0,05. A análise dos dados foi realizada com o programa SPSS  
33 22.0 (SPSS Inc., Chicago, IL, EUA).

# 1 Resultados

## 2 Microdureza

3 Os valores de microdureza topo e base de cada espécime foram obtidos  
4 da média das cinco endentações realizadas em cada superfície e representados  
5 na Figura 1.



6

7

8 Figura 1. Valores médios de microdureza Knoop e intervalo de confiança.

9

10 Para microdureza topo e base a resina Z250 apresentou os maiores  
11 valores médios (topo = 92,07 kg/mm<sup>2</sup>, base = 69,38 kg/mm<sup>2</sup>) e a resina OPAL os  
12 menores valores (topo = 46,97 kg/mm<sup>2</sup>, base = 25,81 kg/mm<sup>2</sup>).

13 Para todas as resinas compostas avaliadas a média da superfície topo  
14 apresentou valores superiores a média da superfície base. Diferenças de  
15 microdureza entre as resinas compostas e o desvio-padrão são mostradas na  
16 tabela abaixo.

17

18

1  
2  
3  
4  
5  
6  
7  
8  
9  
10  
11  
12  
13  
14  
15  
16  
17  
18  
19  
20  
21  
22

Tabela 2: Médias (desvio padrão) para microdureza topo.	
Posição Topo	Média (KHN) DP
Z250	92,07 (4,22) A
Z350	78,23 (3,76) B
CHAD	70,26 (3,54) C
TPH	68,02 (4,18) C D
ESTH	66,24 (2,97) C D
BRIL	65,44 (4,25) C D E
VES	63,62 (4,06) D E
CHAO	60,24 (1,86) E F
CHA	60,08 (3,91) E F
PRE	57,83 (2,04) F
OPAL	46,97 (3,72) G
Médias seguidas por letras iguais na coluna indicam que não existe diferença ao nível de significância de 5%. Letras diferentes na coluna indicam diferença ao de nível de significância de 5%.	

23

Tabela 3: Médias (desvio padrão) para microdureza base.	
Posição Base	Média (KHN) DP
Z250	69,38 (2,69) A
Z350	61,65 (2,81) B
TPH	47,01 (5,14) C
PRE	45,32 (4,76) C D
CHAD	44,07 (2,39) C D
BRIL	41,43 (2,71) C D E
ESTH	40,89 (2,54) D E
VES	37,55 (3,48) E F
CHA	33,34 (2,63) F
CHAO	33,13 (3,21) F
OPAL	25,81 (3,21) G
Médias seguidas por letras iguais na coluna indicam que não existe diferença ao nível de significância de 5%. Letras diferentes na coluna indicam diferença ao de nível de significância de 5%.	

24 Para posição topo e base as resinas compostas Z250, Z350 e OPAL  
25 foram diferentes de todas as outras resinas compostas avaliadas, uma vez que o  
26 teste de Tukey indicou  $p < 0,05$ .

27  
28 Tabela 4. Relação topo-base para microdureza Knoop.

Material	Z250	Z350	VES	CHA	CHAO	CHAD	OPAL	ESTH	PRE	BRIL	TPH
Relação topo-base (%)	75	79	59	55	55	63	55	62	78	63	69

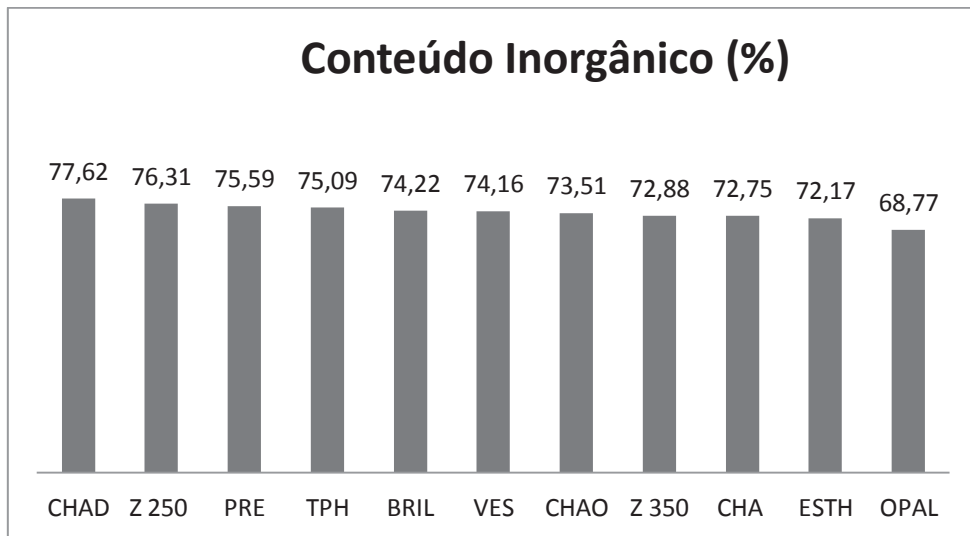
29  
30  
31 Para a relação topo-base o maior valor foi para a resina composta Z350  
32 com 79% e três resinas compostas (OPAL, CHAO e CHA) mostraram o menor  
33 valor de 55%.



1  
2  
3  
4  
5  
6

*Fração das partículas em massa*

O conteúdo de carga inorgânica em massa encontrado em cada uma das onze resinas compostas está representado na Figura 2.



7  
8  
9  
10  
11  
12  
13  
14  
15  
16  
17  
18  
19  
20  
21

Figura 2: Porcentagem de conteúdo inorgânico em massa.

Os valores variaram de 77,62% a 68,77% sendo que a CHAD foi a que obteve a maior porcentagem de carga em massa e a OPAL o menor valor.

Para a Correlação de Pearson quando avaliado conteúdo inorgânico e microdureza considerando a posição topo, ela foi positiva com  $r = 0,5824$  e estatisticamente diferente de zero, mostrando que aumento do conteúdo inorgânico implica em aumento da microdureza. Da mesma forma para a posição base a correlação foi de  $r = 0,5441$  e estatisticamente diferente de zero. A correlação tanto para topo como para base apresentou-se na faixa regular entre 0,30 e 0,60.

## 1 **Discussão**

2 A escolha da cor A2 para a realização desse estudo deve-se ao fato de ser  
3 a mais utilizada em protocolos de pesquisas e seus corantes apresentarem uma  
4 menor interferência na polimerização da resina.<sup>11</sup> Irradiância mínima de 400  
5 mW/cm<sup>2</sup> tem sido recomendada, de modo geral, para todas as resinas  
6 compostas<sup>2</sup> e o aparelho LED utilizado apresentou intensidade de luz de 1200  
7 mW/cm<sup>2</sup>. A opção pelo uso do LED é devido ao seu prorrogado tempo de vida e  
8 pequena degradação de saída de luz ao longo do tempo. LEDs podem operar  
9 com bateria e consumir pouca energia além de gerar um intervalo de  
10 comprimento de onda de 410 nm a 490 nm, o qual coincide com o pico central de  
11 absorção do comum fotoiniciador, canforoquinona.<sup>13</sup>

12 Em relação aos valores de microdureza sobre diferentes superfícies, os  
13 dados desse estudo mostraram que as médias de microdureza das superfícies  
14 topo foram mais altas que as da base, levando a rejeição da primeira hipótese. A  
15 superfície topo apresentou uma maior polimerização da resina composta,  
16 estando de acordo com estudos anteriores.<sup>13,14</sup> A quantidade de energia de luz  
17 alcançada na região de topo e base do espécime de resina composta é  
18 fortemente dependente de vários fatores, como intensidade de saída de luz,  
19 tempo da exposição, distância da fonte de luz até o material, composição do  
20 material, cor, translucidez e espessura do incremento<sup>13</sup>. Para as onze resinas  
21 compostas foi utilizado o tempo padrão de 40 seg de polimerização, na  
22 espessura de 2 mm e com a fonte de luz tocando a lamínula que cobria o  
23 espécime. A superfície de topo normalmente recebe quantidade de luz suficiente  
24 para a polimerização, mas em maior profundidade da resina, a atenuação da luz  
25 dá origem a menos moléculas de canforoquinona excitada, e a oportunidade de  
26 colisão com uma amina diminuem conseqüentemente. Como resultado, a reação  
27 de polimerização prossegue mais lentamente para uma menor polimerização da  
28 base, resultando na diminuição do grau de conversão e dureza.<sup>13</sup>

29 Apesar de diferenças na metodologia em relação a carga e tempo, os  
30 valores encontrados nesse estudo para microdureza topo corroboram com os  
31 dados encontrados por Blackham *et al.*<sup>5</sup> Os dois estudos encontraram valores  
32 médios maiores para a microdureza Knoop na resina composta Z250 em relação  
33 aos valores médios das resinas ESTH e PRE. Da mesma forma que Moraes *et*

1  $a/^{15}$  foi verificado também valores médios superiores de dureza base para a  
2 resina Z250 comparados aos valores médios das resinas TPH3 e PRE. Uma vez  
3 que esse estudo mostrou que os valores das resinas Z250 e Z350 para  
4 microdureza topo e base foram diferentes entre si e maiores do que todas as  
5 outras resinas compostas parece ser uma tendência que resinas que apresentam  
6 em sua composição uma mistura de partículas de sílica e zircônia demonstrem  
7 maior propriedade mecânica de microdureza quando comparadas com resinas  
8 que apresentem em sua composição apenas partículas de vidro ou vidro com  
9 sílica.

10 Os resultados de microdureza apresentados na Figura 1 mostram que as  
11 resinas apresentaram interação e diferença. A interação é representada pelo  
12 decréscimo dos valores médios de microdureza topo para a microdureza base,  
13 sendo isso o que ocorreu para todas as resinas, entretanto esse comportamento  
14 de decréscimo foi diferente entre elas. Observamos que, em valores absolutos, a  
15 resina PRE apresentou o menor decréscimo de microdureza topo para base, e a  
16 CHAO o maior decréscimo. As resinas também apresentaram diferença porque  
17 os intervalos topo e base da mesma resina nunca estiveram se tocando,  
18 mostrando que microdureza topo sempre foi maior que base ao analisarmos a  
19 mesma resina.

20 De acordo com Bouschlicher<sup>16</sup>, um valor acima de 80% na relação de  
21 dureza topo-base indica adequada profundidade de polimerização. Os valores de  
22 microdureza são altamente dependentes do tamanho, peso e volume de  
23 partículas de carga, bem como da composição química da resina composta  
24 quando o instrumento de teste produz uma maior endentação que o tamanho da  
25 partícula.<sup>14</sup> Consequentemente, os valores de microdureza são uma média da  
26 microdureza das partículas e da matriz.<sup>14</sup> Segundo Torno<sup>9</sup>, o cálculo do grau de  
27 conversão baseado somente na relação topo-base pode levar a errôneas  
28 interpretações, pois o espécime testado pode ser pobremente polimerizado e, se  
29 a dureza da superfície base for similar a do topo, essa relação pode ser maior  
30 que 80%.<sup>9</sup> Se somente essa relação for levada em consideração, nesse estudo a  
31 resina composta PRE que apresentou uma relação topo-base de 78% ( topo =  
32 57,83 kg/mm<sup>2</sup>, base = 45,32 kg/mm<sup>2</sup>) poderia ser similar a resina Z350 que  
33 exibiu relação topo-base de 79% ( topo = 78,23 kg/mm<sup>2</sup> e base = 61,65 kg/mm<sup>2</sup>).  
34 Consequentemente, a convencional relação topo-base de 80%-90% mostra não

1 ser apropriada para avaliar eficiência de polimerização de resinas compostas, a  
2 menos que seja definido um limite mínimo para dureza topo e base de resinas  
3 compostas.<sup>9</sup>

4 De acordo com a Correlação de Pearson existe uma tendência de que  
5 quanto maior a quantidade de carga em massa, maiores os valores de  
6 microdureza. Entretanto isso não foi verdadeiro para todas as resinas compostas  
7 avaliadas, levando a aceitação da segunda hipótese. As onze resinas compostas  
8 avaliadas apresentaram porcentagem de conteúdo inorgânico com máximo de  
9 variação de 12% entre CHAD e OPAL e com base no Coeficiente de Variação de  
10 Pearson para valores até 20% a distribuição dos dados é considerada  
11 homogênea.

12 Existem diferentes métodos para avaliar a quantidade de cargas em  
13 relação a massa de resinas compostas. Análise termogravimétrica (TGA) e a  
14 técnica da incineração baseiam-se na eliminação da fração orgânica de uma  
15 resina composta por aquecimento a uma temperatura constante e a parte  
16 remanescente correspondem as cargas inorgânicas. O padrão de estabilidade  
17 observado com as curvas da análise termogravimétrica depois de 750°C também  
18 permite validar a técnica da incineração que usa uma temperatura de 900°C  
19 durante uma hora. Para porcentagem de partículas em massa ambas as técnicas  
20 mostram baixo desvio padrão.<sup>1,3</sup> Nesse estudo, realizado pela técnica da queima,  
21 houve diferença entre os dados encontrados e aqueles fornecidos pelos  
22 fabricantes. Para todas as resinas compostas a porcentagem de conteúdo  
23 inorgânico encontrado foi menor do que o informado pelos fabricantes. Possível  
24 explicação para esta variação é a espessura da camada e quantidade do silano.  
25 O processo de silanização desempenha um papel principal na adesão da matriz  
26 orgânica resinosa com a carga inorgânica. A área de superfície das cargas  
27 afetará a porcentagem de silano utilizado; quanto menores as cargas maiores as  
28 quantidades de silano.<sup>3,17</sup>

29 O principal componente das resinas compostas que significativamente  
30 afeta a translucidez é o conteúdo inorgânico, e a quantidade, tamanho e forma  
31 das partículas de carga afetam a dispersão da luz. Quando o tamanho das  
32 partículas está abaixo do comprimento de onda da luz visível (400 nm à 800 nm),  
33 é considerado que ela pode não dispersar ou absorver este comprimento de  
34 onda<sup>18</sup>. Isso provavelmente pode ser um dos motivos que esclarecem porque

1    nessa pesquisa, a resina nanoparticulada Z250 apresentou os maiores valores de  
2    microdureza, uma vez que contendo partículas de até 100 nm não ocorreria  
3    interferência das partículas de carga na passagem de luz. Por outro lado a resina  
4    OPAL com cargas de maior tamanho e que podem chegar a até 3,0 µm (3.000  
5    nm), ocorreria menor passagem de luz levando aos menores valores de  
6    microdureza. Entretanto, as partículas não interferem com a faixa do espectro  
7    que é usado para determinar a porcentagem de conversão da resina.<sup>19</sup>

8            Outro fator capaz de interferir na microdureza é o sistema fotoiniciador  
9    utilizado em compósitos dentais. Ele representa um grupo de moléculas capazes  
10   de absorver a luz, dando início a reação de polimerização. Associação da  
11   canforoquinona (CQ) com a amina terciária é o mais usado sistema fotoiniciador  
12   e novos fotoiniciadores como os derivados do óxido de fosfina, conhecido como  
13   TPO tem sido introduzidos no mercado.<sup>18,20</sup> A desvantagem de TPO e outros  
14   fotoiniciadores é a absorção de luz deslocada para o espectro de luz UV e  
15   polimerização incompatível com o LED, podendo conduzir para insuficiente  
16   capacidade de polimerização de materiais resinosos.<sup>20</sup> Isso pode sugerir que  
17   entre as onze resinas presentes pode haver a presença de fotoiniciadores  
18   diferentes da canforoquinona interferindo nos valores de microdureza.

19           Em relação aos monômeros, embora novos tipos tenham sido  
20   desenvolvidos, resinas compostas com dimetacrilatos ainda representam  
21   atualmente a maioria dos materiais disponíveis comercialmente para  
22   restaurações diretas.<sup>21</sup> A viscosidade dos monômeros interfere na eficiência de  
23   polimerização da resina composta, onde monômeros de alta viscosidade  
24   apresentam menor mobilidade, menor grau de conversão e menor taxa de  
25   polimerização.<sup>21</sup> Dos onze grupos de resinas avaliados todos apresentam algum  
26   tipo de dimetacrilato na composição da matriz, entretanto eles diferem em  
27   viscosidade. As resinas VES, CHA e CHAO que contém em sua composição da  
28   matriz apenas Bis-GMA, que é um monômero de alta viscosidade<sup>22</sup>,  
29   apresentaram valores médios de microdureza topo e base iguais entre si, mas  
30   menores que os valores das resinas Z250, Z350 e CHAD que possuem uma  
31   associação de monômeros de dimetacrilato com menor viscosidade.

32           A comparação de propriedades de resinas compostas comerciais é  
33   dificultada, pois parâmetros como o tamanho das partículas e morfologia, tipo de  
34   monômero e proporção ou química do fotoiniciador variam grandemente entre os

1 produtos, e não há informação precisa por parte dos fabricantes.<sup>23</sup> No entanto,  
2 essa pesquisa pode auxiliar o clínico na escolha de resinas compostas com  
3 melhores propriedades mecânicas, que levam a melhor desempenho clínico e  
4 maior longevidade.

5 Finalmente, é importante mencionar que os valores obtidos foram medidos  
6 sob condições ideais de laboratório, alta irradiância, tempo de polimerização mais  
7 longo e alta proximidade da fonte de luz com o espécime, o qual pode não  
8 necessariamente ser esperado na prática clínica.<sup>23</sup>

9

1 **Conclusão**

2 Dentro das limitações do trabalho e suportada pelos dados desse estudo  
3 concluímos que:

4 1- Microdureza superfície topo é maior que base independente da resina  
5 composta.

6 2- A correlação entre variável microdureza e conteúdo inorgânico é  
7 material dependente visto que nesse estudo, na maioria das resinas compostas  
8 houve aumento de dureza com aumento do conteúdo inorgânico.

9

10

11

12

13

14 **Agradecimentos**

15 Os autores agradecem a 3M ESPE, Heraeus-Kulzer, FGM, Kerr,  
16 Vigodent e Dentsply pela generosa doação de materiais para esse estudo.

17

## 1 Referências

- 2 1. Beun S, Glorieux T, Devaux J, Vreven J, Leloup G (2007) Characterization  
3 of nanofilled compared to universal and microfilled composites *Dental*  
4 *Materials* **23 (1)** 51-9.
- 5 2. Rastelli AN, Jacomassi DP, Faloni AP, Queiroz TP, Rojas SS, Bernardi  
6 MI, Bagnato VS, Hernandez AC (2012) The filler content of the dental  
7 composite resins and their influence on different properties *Microscopy*  
8 *Research and Technique* **75(6)** 758-65.
- 9 3. Sabbagh J, Ryelandt L, Bachérius L, Biebuyck JJ, Vreven J, Lambrechts P,  
10 Leloup G (2004) Characterization of the inorganic fraction of resin  
11 composites *Journal of Oral Rehabilitation* **31(11)** 1090-101.
- 12 4. Karabela MM, Sideridou ID (2011) Synthesis and study of properties of  
13 dental resin composites with different nanosilica particles size *Dental*  
14 *Materials* **27(8)** 825-35.
- 15 5. Blackham JT, Vandewalle KS, Lien W (2009) Properties of hybrid resin  
16 composite systems containing prepolymerized filler particles *Operative*  
17 *Dentistry* **34(6)** 697-702.
- 18 6. Ferracane JL (2011) Resin composite--state of the art *Dental Materials*  
19 **27(1)** 29-38.
- 20 7. Radz GM. Composite resins in 2013: an update on their progress (2013)  
21 Compendium of Continuing Education in Dentistry **34(1)** 48-51.
- 22 8. Sideridou ID, Karabela MM, Vouvoudi ECh (2011) Physical properties of  
23 current dental nanohybrid and nanofill light-cured resin composites *Dental*  
24 *Materials* **27(6)** 598-607.
- 25 9. Torno V, Soares P, Martin JM, Mazur RF, Souza EM, Vieira S (2008)  
26 Effects of irradiance, wavelength, and thermal emission of different light  
27 curing units on the Knoop and Vickers hardness of a composite resin  
28 *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*  
29 **85(1)** 166-71.
- 30 10. Chang M, Dennison J, Yaman P (2013) Physical property evaluation of four  
31 composite materials *Operative Dentistry* **38(5)** E144-53.



- 1 11. Price RB, Fahey J, Felix CM (2010) Knoop microhardness mapping used to  
2 compare the efficacy of LED, QTH and PAC curing lights *Operative*  
3 *Dentistry* **35(1)** 58-68.
- 4 12. Vandewalle KS, Roberts HW, Rueggeberg FA (2008) Power distribution  
5 across the face of different light guides and its effect on composite surface  
6 microhardness *J Esthet Restor Dent* **20(2)** 108-17.
- 7 13. Zhu S, Platt J (2011) Curing efficiency of three different curing modes at  
8 different distances for four composites *Operative Dentistry* **36(4)** 362-71.
- 9 14. Jang JH, Park SH, Hwang IN (2015) Polymerization shrinkage and depth of  
10 cure of bulk-fill resin composites and highly filled flowable resin *Operative*  
11 *Dentistry* **40(2)** 172-80.
- 12 15. de Moraes RR, Gonçalves Lde S, Lancellotti AC, Consani S, Correr-  
13 Sobrinho L, Sinhoreti MA (2009) Nanohybrid resin composites: nanofiller  
14 loaded materials or traditional microhybrid resins? *Operative Dentistry*  
15 **34(5)** 551-7.
- 16 16. Bouschlicher MR, Rueggeberg FA, Wilson BM (2004) Correlation of  
17 bottom-to-top surface microhardness and conversion ratios for a variety of  
18 resin composite compositions. *Operative Dentistry* **29(6)** 698-704
- 19 17. Valente LL, Peralta SL, Ogliari FA, Cavalcante LM, Moraes RR (2013)  
20 Comparative evaluation of dental resin composites based on micron- and  
21 submicron-sized monomodal glass filler particles *Dental Materials* **29(11)**  
22 1182-7.
- 23 18. Salgado VE, Albuquerque PP, Cavalcante LM, Pfeifer CS, Moraes RR,  
24 Schneider LF (2014) Influence of photoinitiator system and nanofiller size  
25 on the optical properties and cure efficiency of model composites *Dental*  
26 *Materials* **30(10)** e264-71.
- 27 19. Porto IC, de Aguiar FH, Brandt WC, Liporoni PC (2013) Mechanical and  
28 physical properties of silorane and methacrylate-based composites *Journal*  
29 *of Dentistry* **41(8)** 732-9.
- 30 20. Santini A, Miletic V, Swift MD, Bradley M (2012) Degree of conversion and  
31 microhardness of TPO-containing resin-based composites cured by  
32 polywave and monowave LED units *Journal of Dentistry* **40(7)** 577-84.

- 1 21. Leprince JG, Palin WM, Hadis MA, Devaux J, Leloup G (2013) Progress in  
2 dimethacrylate-based dental composite technology and curing efficiency  
3 *Dental Materials* **29(2)** 139-56.
- 4 22. Camargo FM, Della Bona Á, Moraes RR, Coutinho de Souza CR,  
5 Schneider LF (2015) Influence of viscosity and amine content on CC  
6 conversion and color stability of experimental composites *Dental Materials*  
7 **31(5)** e109-15.
- 8 23. Leprince JG, Palin WM, Vanacker J, Sabbagh J, Devaux J, Leloup G  
9 (2014) Physico-mechanical characteristics of commercially available bulk-  
10 fill composites *Journal of Dentistry* **42(8)** 993-1000.
- 11

1 **Anexos**

2 **Fotos**

3 *Microdureza*

4

5

6

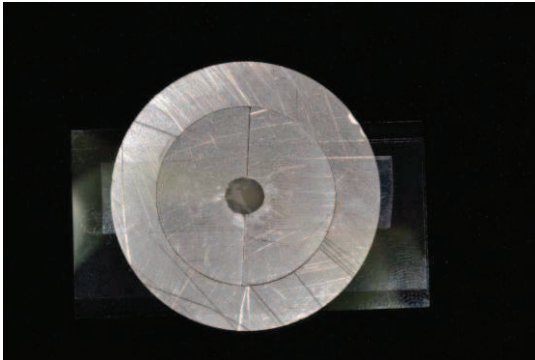
7

8

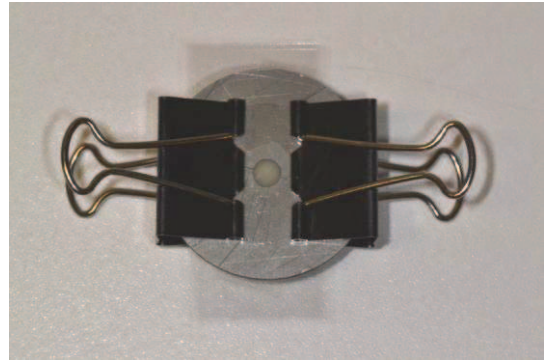
9

10

11



12 Molde metálico



13 Amostra pressionada por grampos

14

15

16

17

18

19

20

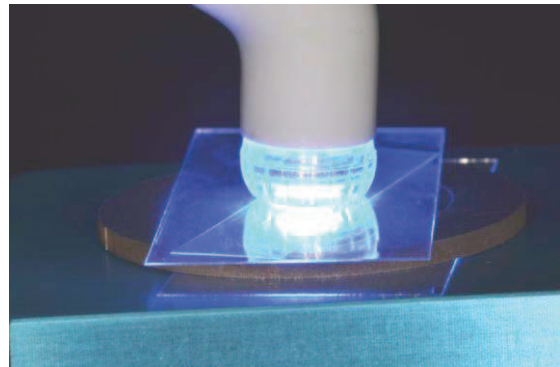
21

22

23



24 Led no suporte para padronizar  
25 a fotopolimerização



26 Fotopolimerização

27

28

29

30

31

32

33

- 1
- 2
- 3
- 4
- 5
- 6
- 7
- 8
- 9
- 10
- 11
- 12
- 13
- 14
- 15
- 16
- 17
- 18
- 19
- 20
- 21
- 22
- 23
- 24
- 25
- 26
- 27
- 28
- 29
- 30
- 31
- 32
- 33
- 34



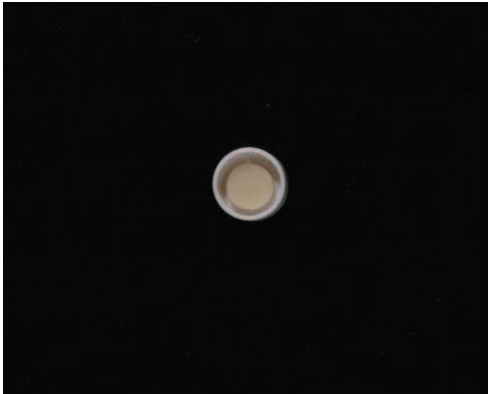
Pastas de polimento



Microdurômetro

1  
2  
3  
4  
5  
6  
7  
8  
9  
10  
11  
12  
13  
14  
15  
16  
17  
18  
19  
20  
21  
22  
23

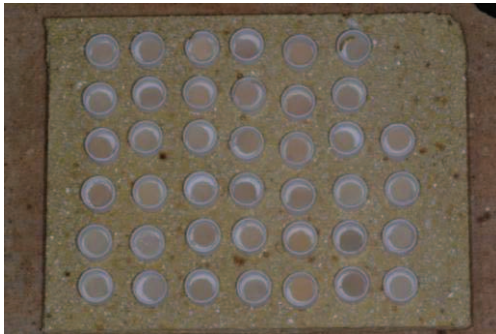
*Perda ao fogo*



Cadinho e amostra



Pesagem



Amostras posicionadas  
para a queima



Amostra após a queima

## **Análise Estatística**

A verificação da primeira hipótese foi realizada com o auxílio de análise de variância a dois fatores, modelo fatorial completo, uma vez que os 22 tratamentos analisados (2 posições e 11 resinas) apresentaram distribuição normal para a variável em análise. A verificação de normalidade foi feita através do teste de normalidade de Shapiro-Wilk, ao nível de significância de 0,05.

A verificação da segunda hipótese foi feita utilizando o Coeficiente de Correlação de Pearson, uma vez que as variáveis Microdureza (KNH) e Peso (%) apresentaram distribuição normal. A verificação de normalidade foi feita através do teste de normalidade de Shapiro-Wilk, ao nível de significância de 0,05.

Quando a ANOVA indicou existir diferença entre os valores médios da variável microdureza (KHN), utilizou-se para identificar quais tratamentos diferiam entre si o teste de comparações múltiplas de Tukey HSD para variâncias homogêneas. A verificação de homogeneidade de variâncias da variável Microdureza (KHN) entre os tratamentos (Posição e Resina) foi feita utilizando o teste de homogeneidade de variâncias de Levene. O nível de significância adotado foi de 0,05.

2   **1) Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled**  
3   **composites**

4   **Sebastien Beun, Thérèse Glorieux, Jacques Devaux, José Vreven, Gaëtane**  
5   **Leloup**

6   *Objetivos.* A proposta desse estudo foi comparar a fração inorgânica e as  
7   propriedades mecânicas de três compósitos nanoparticulados com quatro  
8   compósitos híbridos e dois microparticulados. O grau de conversão dos materiais  
9   fotopolimerizados usando led e luz halógena foram também investigados.

10   *Métodos.* Três nanoparticulados (Supreme, Grandio and Grandio Flow), quatro  
11   híbridos universais (Point-4, Tetric Ceram, Venus, Z 100) e dois compósitos  
12   microparticulados (A 110, Durafill VS) foram usados neste estudo. Seus  
13   conteúdos de carga em peso foram mensurados por análise termogravimétrica.

14   **O uso da análise termogravimétrica é um método que determina o peso das**  
15   **partículas de carga de resinas compostas e os valores obtidos com este**  
16   **método é altamente correlacionado com a mais tradicional técnica de**  
17   **incineração.** A morfologia das partículas de carga foi determinada usando  
18   microscopia eletrônica de varredura (MEV). Propriedades mecânicas foram  
19   medidas: módulo de elasticidade estático e dinâmico, força de flexão e  
20   microdureza Vickers. O grau de conversão em relação a profundidade de  
21   polimerização de todos os materiais testados foi avaliado usando  
22   espectrofotometria de Raman.

23   *Resultados.* Resinas compostas nanoparticuladas mostraram mais alto módulo  
24   de elasticidade que as resinas universais e microparticuladas, exceto para Z-100.  
25   As resinas microparticuladas exibiram de longe as mais baixas propriedades  
26   mecânicas. A resistência à flexão não aparece como um fator discriminador  
27   neste estudo. Os graus de polimerização obtidos com a luz halógena são mais  
28   altos que aqueles obtidos com a luz halógena.

29   *Significância.* Resinas compostas nanoparticuladas mostram propriedades  
30   mecânicas não tão boas como as híbridas universais e poderiam, assim, serem  
31   utilizadas para as mesmas indicações clínicas bem como para restaurações  
32   anteriores devido as suas altas propriedades estéticas.

33

34   **2) The Filler Content of the Dental Composite Resins and Their Influence on**  
35   **Different Properties**

36   **Alessandra N.S. Rastelli, Denis P. Jacomassi, Ana Paula S. Faloni, Thallita**  
37   **P. Queiroz, Seila S. Rojas, Maria Inês B. Bernardi, Vanderlei S. Bagnato, e**  
38   **Antônio C. Hernandes**

39   Resumo   O objetivo deste estudo foi comparar o conteúdo inorgânico e  
40   morfologia de uma resina composta nanoparticulada e uma nanohíbrida com uma  
41   resina composta microhíbrida universal. A dureza Vickers, grau de conversão e  
42   microscopia eletrônica de varredura dos materiais fotopolimerizáveis utilizando  
43   unidade de LED também foram investigados e **irradiância mínima de**  
44   **400mW/cm<sup>2</sup> tem sido recomendado de modo geral para todas as resinas**  
45   **compostas.** Uma resina nanoparticulada (Filtek Supreme XT), uma nanohíbrida  
46   (TPH 3) e uma microhíbrida universal (Filtek Z-250) na cor A2 foram utilizados  
47   neste estudo. As amostras foram feitas em um molde metálico (4 mm de diâmetro  
48   e 2 mm de espessura). O conteúdo de cargas em peso foi mensurado por análise  
49   termogravimétrica (TG). A morfologia das partículas de carga foi determinada

1 utilizando o microscópio eletrônico de varredura equipado com um campo de  
2 emissão gun (SEM-FEG). Dureza Vickers e grau de conversão utilizando  
3 espectroscopia de FT-IR foram realizados. A resina composta Filtek Z-250  
4 (microhíbrida) mostra maior grau de conversão e dureza do que a Filtek  
5 Supreme XT (nanoparticulada) e TPH 3 (nanohíbrida), respectivamente. A resina  
6 TPH3 (nanohíbrida) exibiu de longe a menor propriedade mecânica. Resinas  
7 compostas nanoparticuladas mostram propriedades mecânicas pelo menos tão  
8 boas como aquelas das resinas híbridas universais e poderiam, assim, serem  
9 utilizadas para as mesmas indicações clínicas, bem como para restaurações  
10 anteriores devido a suas altas propriedades estéticas.

### 11 **3) Characterization of the inorganic fraction of resin composites**

12 **J. Sabbagh, L. Ryelandt, L. Bachérius, J.-J. Biebuyck, J. Vreven, P.**  
13 **Lambrechts & G. Leloup**

14 **Resumo** Os objetivos deste estudo foram determinar a fração em peso de  
15 trinta e nove resinas compostas incluindo resinas de baixa viscosidade e  
16 condensáveis, e examinar a morfologia das partículas de carga. Os percentuais  
17 de cargas inorgânicas por peso foram determinados por análise  
18 termogravimétrica e pela técnica da incineração a 900°. **Análise**  
19 **termogravimétrica (TGA) é uma técnica em que a massa de uma substância**  
20 **é monitorada em função do tempo e é submetida a um programa de**  
21 **temperatura controlada. As porcentagens de partículas inorgânicas por**  
22 **peso podem também ser determinadas pela técnica da incineração. Ambos**  
23 **os métodos baseiam-se na eliminação da fração orgânica de uma resina**  
24 **composta por aquecimento a uma temperatura constante e a parte**  
25 **remanescente corresponde as cargas inorgânicas. O padrão de estabilidade**  
26 **observado com as curvas da análise termogravimétrica depois de 750°C**  
27 **também permite validar a técnica da queima que usa uma temperatura de**  
28 **900° C durante uma hora. Em porcentagem de partículas por peso ambas as**  
29 **técnicas mostram baixo desvio padrão.**

30 **Neste estudo, onde a porcentagem em peso foi realizada pela técnica**  
31 **da queima, houve diferença entre os dados encontrados e aqueles**  
32 **fornecidos pelos fabricantes. Para todas as resinas compostas a**  
33 **porcentagem de carga encontrada foi menor do que o informado pelos**  
34 **fabricantes. Possível explicação para esta variação é a espessura da**  
35 **camada e quantidade do silano. O processo de silanização desempenha um**  
36 **papel principal na adesão da matriz orgânica resinosa com a carga**  
37 **inorgânica. A área de superfície das cargas afetará a porcentagem de silano**  
38 **usado; quanto menores as cargas maiores as quantidades de silano.**

39 **O tamanho e forma das partículas de carga foram examinados usando**  
40 **microscopia eletrônica de varredura (SEM) após a dissolução da matriz orgânica.**  
41 **A fração em peso das cargas inorgânicas variou entre 41,6 a 84,6%. Grandes**  
42 **variações foram encontradas entre materiais da mesma categoria. Os valores**  
43 **encontrados no presente estudo foram, por vezes, diferentes daqueles dados**  
44 **pelos fabricantes. As fotomicrografias do SEM mostraram várias formas e**  
45 **tamanhos de cargas inorgânicas. Comparado com materiais restauradores**  
46 **híbridos universais, resinas de baixa viscosidade têm menor quantidade de**  
47 **carga que resinas condensáveis e não apresentaram altos valores, tal como**  
48 **alegado por alguns fabricantes. Vários fatores podem explicar as discrepâncias**  
49 **observadas entre os dados do fabricante e os nossos resultados. O tratamento**  
50



1 com silano assim como a incorporação de material orgânico como parte das  
2 partículas pode ser responsável por essas diferenças.

### 4 **5) Properties of Hybrid Resin Composite Systems Containing**

#### 5 **Prepolymerized Filler Particles** JT Blackham, KS Vandewalle, W Lien

6 Resumo Este estudo comparou as propriedades das novas resinas compostas  
7 híbridas com partículas pré polimerizadas com resinas híbridas tradicionais e  
8 uma resina microparticulada. As seguintes propriedades foram examinadas por  
9 resina: resistência a tração diametral, resistência à flexão / módulo, microdureza  
10 Knoop e contração de polimerização. As propriedades físicas foram determinadas  
11 para cada grupo de resina (n = 8), mostrando diferenças significativas entre os  
12 grupos por propriedades (p <0,001). Em geral, as resinas híbridas tradicionais  
13 (Z250, Esthet-X) tiveram maior força, resinas contendo partículas pré-  
14 polimerizadas (Gradia directa Posterior, Premise) apresentaram resultados  
15 moderados e a resina de micropartícula (Durafill VS) teve a menor resistência.  
16 Premise e Durafill VS tiveram a mais baixa contração de polimerização. **Apesar**  
17 **de diferenças na metodologia em relação a carga e tempo os valores**  
18 **encontrados neste estudo para microdureza topo corroboram com os dados**  
19 **encontrados por Blackham et all. Os valores mais altos para a microdureza**  
20 **Knoop na resina composta Z250 são estatisticamente diferentes dos**  
21 **encontrados para as resinas ESTH e PRE.**

### 23 **9) Effects of Irradiance, Wavelength, and Thermal Emission of Different** 24 **Light Curing Units on the Knoop and Vickers Hardness of a Composite** 25 **Resin**

#### 26 **Vladja Torno, Paulo Soares, Juliana M. H. Martin, Rui F. Mazur, Evelise M.** 27 **Souza, Sérgio Vieira**

28 Resumo: O objetivo deste estudo foi avaliar os efeitos de irradiância,  
29 comprimento de onda de emissão de luz e aquecimento de diferentes unidades  
30 de luz de polimerização sobre a dureza Knoop e Vickers de uma resina composta  
31 híbrida . As amostras foram irradiadas durante 40 s com dez diferentes unidades  
32 de luzes de polimerização, LEDs e halógenas. O espectro de emissão de cada  
33 unidade de luz de polimerização foi avaliada por um espectrômetro, a irradiância  
34 foi medida por dois radiômetros comerciais, e o aquecimento medido com um  
35 sensor de temperatura. Após 48 h de armazenamento em um recipiente escuro  
36 sob condição de 100% de umidade, os testes de dureza Knoop e Vickers  
37 foram realizadas. Os resultados de dureza foram analisados por ANOVA e teste  
38 de Tukey HSD (p <0,05). Os resultados mostraram que a dureza de superfície da  
39 resina depende não só da irradiância, mas fortemente da emissão do  
40 comprimento de onda e do aquecimento das unidades de luz de polimerização.  
41 Observou-se uma correlação linear entre o grau de conversão e da exposição  
42 radiante. Além disso, sugere-se que a bem conhecida relação de dureza de  
43 superfície topo e base de 80-90% não é apropriada para avaliar a eficiência de  
44 polimerização de resinas compostas, uma vez que a superfície de topo não é  
45 sempre suficientemente polimerizada. **Entretanto o cálculo do grau de**  
46 **conversão baseado somente na relação topo/base pode levar a errôneas**  
47 **interpretações. O espécime testado pode ser pobremente polimerizado e, se**  
48 **a dureza da superfície base for similar a do topo, essa relação pode ser**  
49 **maior que 80%.**

1 **11) Knoop Microhardness Mapping Used to Compare the Efficacy of LED,**  
2 **QTH and PAC Curing Lights** RBT Price, J Fahey, CM Felix

3 Resumo Este estudo utilizou uma técnica de mapeamento dureza para comparar  
4 a capacidade de sete luzes para polimerizar cinco resinas. **Resinas compostas**  
5 **na cor A2 foram selecionadas por ser a cor mais usada em protocolos de**  
6 **pesquisas anteriores e seus corantes apresentarem uma menor**  
7 **interferência na polimerização da resina.**

8 Seis fotopolimerizadores (Sapphire [plasma arc: PAC], Bluephase16i [diodo  
9 emissor de luz: LED], LEDemetron II [LED], SmartLite IQ [LED], Allegro [LED] e  
10 UltraLume-5 [ Polywave LED]) foram comparados com um Optilux 501  
11 (halogênio: QTH) luz. Cinco resinas (Vit-I-escence, Tetric EvoCeram, Filtek  
12 Z250, 4 Seasons e Solitaire 2) foram polimerizados a 4 mm e 8 mm a partir da  
13 extremidade da fonte de luz. Quatro resinas foram fotopolimerizadas para os  
14 seguintes tempo usando essas luzes: Sapphire (5 segundos), Bluephase 16i (5  
15 segundos), LEDemetron II (5 segundos), SmartLite de IQ (10 segundos),  
16 UltraLume-5 (10 segundos), Allegro ( 10 segundos) e Optilux 501 (20 segundos).  
17 Solitaire 2 necessitou de dois tempos de irradiação. Em cada espécime, a  
18 microdureza Knoop (KHN) foi medida a 49 posições através de uma grade de 3 x  
19 3 mm para determinar a capacidade de cada luz para polimerizar cada marca de  
20 resina. A luz PAC entregou o mais amplo espectro de comprimentos de onda, a  
21 maior irradiância e valores de dureza que foram 4,7-18,1 KHN<sub>50gf</sub> mais difícil do  
22 que as outras luzes. A capacidade das luzes para polimeizar estas cinco resinas  
23 foram classificadas do mais alto ao mais baixo: Sapphire, Optilux 501, Allegro,  
24 UltraLume-5, SmartLite IQ, LEDemetron II e Bluephase16i (ANOVA com REGWQ  
25 ajuste de comparação múltipla, p <0,01).

26  
27 **12) Power Distribution across the Face of Different Light Guides and Its**  
28 **Effect on Composite Surface Microhardness**  
29 **Vandewalle KS, Roberts HW, Rueggeberg FA**

30 Resumo

31 *Objetivo:* O objetivo deste estudo foi examinar a influência do tipo de luz sobre a  
32 distribuição de emissão irradiante de um diodo emissor de luz de  
33 fotopolimerização (LED) e medir o efeito de dispersão de luz na microdureza de  
34 superfície ao longo das superfícies superior e inferior de dois tipos de resinas.  
35 *Materiais e Métodos:* Um analisador de feixe de laser (LBA-700, Spiricon) foi  
36 utilizado para avaliar a distribuição da luz (Top Hat factor [THF]) através da  
37 superfície distal de um guia de luz turbo e um guia padrão de fotopolimerização  
38 LED (bluephase, Ivoclar Vivadent ). Compósitos (Z100 [híbrido], A110 [micro-  
39 particulado]; 3M ESPE) foram colocados em anéis escuros (2 × 11 mm) e  
40 exposto a 0 mm para 5 segundos (Z100) ou 15 segundos (A110), utilizando as  
41 guias de luz em irradiância semelhante , densidade de energia  
42 , e diâmetros de saída (N = 5). Valores de irradiância similares foram produzidos  
43 usando o guia de luz turbo na configuração "baixa potência" de luz de  
44 fotopolimerização e a "alta potência" ao usar o guia de luz padrão. THF valores  
45 foram analisados com um teste-t não emparelhado. Dureza Knoop (KHN) foi  
46 determinada nas superfícies superior e inferior (Leco) em 1 mm de incrementos  
47 laterais do centro da amostra e proceder de 4 mm de ambas as direções leste-  
48 oeste e norte-sul. **Para evitar erros de leitura as medidas de microdureza**  
49 **topo e base ficaram a uma distância de 1,0 mm da periferia para evitar**  
50 **qualquer possível efeito do molde metálico sobre a polimerização da resina**

1 **composta.** Para todas os espécimes as distâncias e localização das  
2 endentações foram similares. Os efeitos dos fatores principais (tipo de guia de luz  
3 e distância lateral) sobre a dureza de cada compósito foram analisados usando  
4 análise múltipla de (ANOVA), Dunnett's t-teste não emparelhado determinado  
5 quando os valores de dureza laterais diferiram significativamente no centro da  
6 amostra. A diferença percentual entre o máximo e mínimo (max-min) valores de  
7 dureza para cada espécime, com relação de distância do centro da amostra, e a  
8 diminuição percentual para as guias de luz padrão e turbo, com respeito a ambos  
9 os tipos de resina composta, foram comparados utilizando análise de variância e  
10 teste de Tukey post-hoc.

11 *Resultados:* A guia padrão teve um significante maior THF (isto é, a  
12 distribuição da luz mais uniforme) do que a ponta turbo ( $p < 0,001$ ). Para a  
13 microparticulada, diferenças significativas em termos de dureza foram  
14 encontrados em função da distância do centro da amostra ( $p < 0,0001$ ), e no que  
15 diz respeito às superfícies superior ou inferior ( $p < 0,0001$ ). No entanto, não foi  
16 encontrada diferença entre os dois tipos de guias de luz ( $p = 0,939$ ). Para o  
17 híbrido, diferenças significativas em termos de dureza foram encontrados com  
18 base na distância lateral ( $p < 0,001$ ), a superfície ( $p < 0,001$ ), e do tipo de guia de  
19 luz ( $p = 0,045$ ). No entanto, para ambos os compósitos, interações significativas  
20 estavam presentes. Foram encontradas diferenças significativas entre a dureza  
21 no centro da amostra e em várias distâncias laterais, dependendo do tipo de  
22 compósito, de superfície e tipo de guia de luz. A porcentagem max-min de  
23 dureza em toda a superfície diminuiu e foi significativamente menor para o guia  
24 de luz normal ( $p < 0,0001$ ) e na superfície superior ( $p < 0,02$ ) com ambos os tipos  
25 de resina composta. Além disso, a mínima porcentagem de dureza max-min  
26 diminuiu na superfície de topo do material microparticulado ( $p < 0,001$ ).

27 *Conclusão:* O guia de luz padrão produziu uma distribuição mais  
28 homogênea através da extremidade da ponta em comparação com o guia de luz  
29 turbo, com base no THF. Padrões de dureza de superfície dos compósitos  
30 correlacionados com os perfis de distribuição de irradiância aplicados, produzem  
31 localizações de mais alta irradiância para ambas as superfícies superior e  
32 inferior.

33 *Significado clínico:* Seleção da guia de luz pode influenciar a uniformidade  
34 da dureza de superfície e subsuperfície quando de restaurações de resina  
35 composta fotopolimerizável.

36

### 37 **13) Curing Efficiency of Three Different Curing Modes at Different Distances** 38 **for Four Composites** **S Zhu, J Platt**

39 Este estudo investigou a influência das diferentes distâncias de polimerização  
40 com três modos de polimerização em termos da microdureza superficial de  
41 quatro resinas compostas em função da densidade de energia. Uma resina  
42 composta híbrida e uma resina fluida de cada um dos dois fabricantes foram  
43 avaliadas. Os espécimes foram polimerizados com uma das duas unidades de  
44 fotoativação: 1) Mini LED AutoFocus (1500 mW / cm<sup>2</sup>) com um modo de  
45 polimerização rápida, para a qual dois esquemas de polimerização  
46 foram utilizados: a) um ciclo função Auto Focus e b) dois ciclos função  
47 AutoFocus, e 2) LEDemetron I (950 mW / cm<sup>2</sup>) com 20 segundos de tempo de  
48 polimerização. A polimerização foi realizada com a ponta da fonte de luz a uma  
49 distância de 0 mm, de 3,0 milímetros, 6,0 mm e 9,0 mm a partir da superfície  
50 superior da amostra, e a densidade de energia de cada fonte de luz foi medida

1 com um espectrofotômetro. Todas as amostras foram armazenadas em água  
2 destilada num recipiente à prova de luz a 37°C durante 24 horas, e os seus  
3 valores de dureza de superfície superior e inferior foram determinadas. Os dados  
4 de microdureza foram submetidos à análise de variância dois critérios e  
5 comparações múltiplas com o teste de Tukey. Todas as análises estatísticas  
6 foram realizadas a um nível de significância de 0,05. **A opção pelo uso do LED**  
7 **é devido ao seu prorrogado tempo de vida e pequena degradação de saída**  
8 **de luz ao longo do tempo. LEDs podem operar com bateria e consumir**  
9 **pouca energia além de gerar um intervalo de comprimento de onda de 410**  
10 **nm a 490 nm, o qual coincide com o pico central de absorção do comum**  
11 **fotoiniciador, canforoquinona. A quantidade de energia de luz alcançada na**  
12 **região de topo e base do espécime de resina composta é fortemente**  
13 **dependente de um número de fatores, como intensidade de saída de luz,**  
14 **tempo da exposição, distância da fonte de luz até o material, composição do**  
15 **material, cor, translucidez e espessura do incremento. A superfície de topo**  
16 **normalmente recebe suficiente quantidade de luz para a polimerização. Em**  
17 **maior profundidade da resina, a atenuação da luz dá origem a menos**  
18 **moléculas de canforoquinona excitada, e a oportunidade de colisão com**  
19 **uma amina diminui conseqüentemente. Como resultado, a reação de**  
20 **polimerização prossegue mais lentamente para uma menor polimerização**  
21 **da base, resultando na diminuição do grau de conversão e dureza.** Embora  
22 as luzes de polimerização testadas exibiram uma diminuição da densidade de  
23 energia com a distância, a velocidade e extensão da perda de densidade de  
24 potência não eram as mesmas. O modo de polimerização e a distância da ponta  
25 de polimerização tiveram um efeito significativo sobre a microdureza da resina.  
26 Houve também uma interação significativa entre o modo de polimerização,  
27 distância da ponta de polimerização, e da microdureza. A capacidade de  
28 polimerização dos três modos de polimerização foi classificado em termos dos  
29 valores percentuais de dureza: o LEDemtron I > dois ciclos do Mini LED  
30 AutoFocus > um ciclo do Mini LED Auto Focus.

31

#### 32 ***14) Polymerization Shrinkage and Depth of Cure of Bulk-Fill Resin*** 33 ***Composites and Highly Filled Flowable Resin***

34 **J-H Jang, S-H Park, I-N Hwang**

35 Resumo O objetivo deste estudo foi avaliar o comportamento de polimerização e  
36 profundidade de polimerização (DOC) de resinas compostas recentemente  
37 introduzidas para uso em posterior: resina fluida com alto conteúdo de carga e  
38 resina bulk-fill . Uma resina fluida com alto conteúdo de carga (G-aenial  
39 Universal Flo [GUF]), duas fluidas bulk-fill (Surefil SDR Flow [SDR] e Venus Bulk-  
40 fill [VBF]), e uma resina composta bulk-fill não fluida (Tetric N-Ceram Bulk-fill  
41 [TBF]) foram comparadas com duas resinas convencionais (Tetric Flow [TF],  
42 Filtek Supreme Ultra [FS]). Contração de polimerização linear e stress de  
43 contração de polimerização foram cada um medidos com dispositivos. Para  
44 avaliar DOC, as espécimes de resina composta foram preparadas usando um  
45 molde com um orifício de 4 mm de profundidade e 4 mm de diâmetro interno. O  
46 orifício foi preenchido com cada uma das seis resinas e polimerizadas durante  
47 20 segundos, seguido de 24 horas de armazenamento de água. A dureza de  
48 superfície foi medida na parte superior e na parte inferior através do indentador  
49 para microdureza Vickers (HV). A contração linear de polimerização das  
50 amostras após foto-iniciação diminuíram pela seguinte ordem : TF e GUF > VBF

1 > SDR > FS e TBF ( $p < 0,05$ ). O stress de contração de polimerização dos seis  
2 grupos de resina diminuíram na seguinte ordem: GUF > TF e VBF > SDR > FS e  
3 TBF ( $p < 0,05$ ). A média HV da superfície base de SDR e VBF excedeu 80% da  
4 HV superfície topo (HV-80%). No entanto, a base da GUF e TBF não conseguiu  
5 atingir HV -80%. **De acordo com Bouschlicher, um valor acima de 0,80 na**  
6 **relação de dureza topo-base indica adequada profundidade de**  
7 **polimerização. Os valores de microdureza são altamente dependentes do**  
8 **tamanho, peso, e volume de partículas de carga bem como da composição**  
9 **química da resina composta quando o instrumento de teste produz uma**  
10 **maior endentação que o tamanho da partícula. Consequentemente, os**  
11 **valores de microdureza são uma média da microdureza das partículas e da**  
12 **matriz.** Resina fluida com alto conteúdo de carga (GUF) revelou limitações na  
13 contração de polimerização e DOC. Resinas fluidas bulk-fill (SDR e VBF) foram  
14 devidamente polimerizadas em preenchimentos de 4 mm, mas contraíram mais  
15 do que a resina convencional não fluida. A bulk-fill não fluida (TBF) apresentou  
16 contração comparável a resina convencional não fluida, mas não foi  
17 suficientemente polimerizada na espessura de 4 mm.

18

### 19 ***15) Nanohybrid Resin Composites: Nanofiller Loaded Materials or*** 20 ***Traditional Microhybrid Resins?***

21 **RR Moraes, LS Gonçalves, AC Lancellotti S Consani, L Correr-Sobrinho, MA**  
22 **Sinhoreti**

23 Resumo Resinas nanohíbridas apresentam partículas convencionais que são  
24 misturadas com partículas nanométricas e, portanto, não se sabe se podem ter  
25 desempenho semelhante a resina nanoparticulada ou resinas microhíbridas. O  
26 presente estudo investigou as propriedades das resinas nanohíbridas (TPH,  
27 Grandio, Premise, Concept Advanced) em comparação com uma nanoparticulada  
28 (Supreme XT) e uma microhíbrida (Z250). As partículas inorgânicas foram  
29 caracterizadas por análise SEM / EDS. Resistência à tração diametral (DTS),  
30 rugosidade da superfície antes e depois da abrasão por escovação, dureza  
31 Knoop (KHN), absorção de água e solubilidade foram avaliadas. Os dados foram  
32 analisados separadamente por meio de testes de ANOVA e Student-Newman-  
33 Keuls ( $p < 0,05$ ). Os resultados de todas as análises foram material - dependente.  
34 Diferenças visíveis no tamanho e forma da partículas foram detectados entre os  
35 materiais. Supreme XT mostrou geralmente maior DST e KHN em comparação  
36 com todas as nanohíbridas e também mostrou menor rugosidade antes e depois  
37 da abrasão por escovação em comparação com a maioria dos materiais testados.  
38 Resultados semelhantes foram geralmente detectados para as nanohíbridas em  
39 comparação com o material da microhíbrida. Em conclusão, as resinas  
40 nanohíbridas geralmente apresentam propriedades inferiores em comparação  
41 com as nanoparticuladas e semelhantes ou ligeiramente melhores quando  
42 comparadas com os materiais microhíbridos. **Da mesma forma que Moraes et**  
43 **all verificamos também valores superiores de dureza base para a resina Z**  
44 **250 e estatisticamente diferente das resinas TPH3 e PRE.** Sob condições  
45 clínicas, resinas nanohíbridas podem não apresentar desempenho similar aos  
46 materiais nanoparticulados.

### 47 ***16) Correlation of Botton-to-Top Surface Microhardness and*** 48 ***Conversion Ratios for a Variety of Resin Composite Compositions***

49 **MR Bouschlicher, FA Rueggeberg, BM Wilson**

1 Valores de microdureza Knoop (KHN) e grau de conversão (DC) foram obtidos  
2 em amostras de três tipos de resinas compostas, para a superfície base e topo  
3 com espessuras de 1, 2 e 3 mm: uma microparticulada para anterior, uma híbrida  
4 para anterior, e uma híbrida para posterior, todas tendo diferentes tamanhos de  
5 partículas e cargas mas cor similar (A2) e conteúdo monomérico básico.  
6 Espectros de infravermelho das amostras foram obtidos por espectroscopia  
7 infravermelho transformada de Fourier usando reflectância total atenuada. As  
8 amostras foram polimerizadas usando 40s da fonte de luz halógena de quartzó-  
9 tungstênio com uma irradiância de  $\approx 560\text{mW}/\text{cm}^2$ . Eles foram armazenados por  
10 24 horas em completa escuridão a  $37^\circ\text{C}$  e 100% de umidade antes da obtenção  
11 do espectro de polimerização e leituras de dureza. Valores de KHN e DC foram  
12 obtidos para as mesmas espécimes feitas em similar espessura, mas grupos  
13 separados foram feitos para obter valores de topo e base. Dados de  
14 polimerização e dureza foram analisados por ANOVA um e dois critérios seguido  
15 por Tukey-Kramer post-hoc test. Regressão linear também foi aplicada. Testes  
16 estatísticos foram realizados com um nível de significância de 0,05. KHN e DC  
17 foram significativamente diferentes segundo tipo de compósito e profundidade  
18 ( $p=0,0001$ ), com um efeito de interação ( $p=0,0022$ ). KHN, DC e relação de  
19 superfície topo/base(B/T) diminuíram com a profundidade. Regressão revelou um  
20 linear relacionamento entre DC e KHN para cada tipo de compósito, com  $r^2$  menor  
21 que 0,96. Quando B/T foram correlacionadas, a relação B/T-KHN de 0,08  
22 correspondeu a um intervalo estreito de relação B/T-DC (entre 88 e 91%) para  
23 os três compósitos testados. Quando resultados combinados para tipos de  
24 compósitos, regressão linear de B/T-DC e B/T-KHN produziram um muito  
25 previsível relacionamento ( $r^2=0,959$ ), para qual uma relação B/T-KHN de 0,80  
26 correspondeu para uma relação B/T-DC de 0,90. **De acordo com Bouschlicher,**  
27 **um valor acima de 0,80 na relação de dureza topo-base indica adequada**  
28 **profundidade de polimerização.** Como as medidas complementares de  
29 conversão, B/T-KHN foram aproximadamente 2,5 vezes mais sensível que a  
30 relação B/T-DC. Em resumo, KHN não pode ser usada para diretamente  
31 comparar conversão de diferentes compósitos testados, o uso da relação B/T  
32 para ambos conversão e dureza resultou em linear relacionamento independente  
33 do tamanho da carga ou quantidade.

34 **17) Comparative evaluation of dental resin composites based on**  
35 **micron- and submicron sized monomodal glass filler particle**  
36 **Lisia L. Valente, Sonia L. Peralta, Fabrício A. Ogliarib, Larissa M. Cavalcante,**  
37 **Rafael R. Moraes**

38 *Objetivo.* Uma resina composta modelo contendo um novo sistema de  
39 carga monomodal inorgânica baseada em partículas de vidro em Ba-Si-Al de  
40 tamanho submicrométrico (NanoFine NF180; Schott) foi formulada e comparada  
41 com um compósito experimental que contém partículas micrométricas  
42 (UltraFineUF1.0; Schott). *Métodos.* As partículas de carga foram caracterizadas  
43 usando microanálise de raios X e granulometria, enquanto o compósito foi  
44 caracterizado em termos de morfologia da carga-resina, radiopacidade, grau de  
45 conversão  $C=C$ , dureza, resistência à flexão / módulo, fratura de trabalho, brilho e  
46 rugosidade de superfície (antes e após abrasão de escovação simulada), e  
47 deformação por compressão. Os compósitos foram formulados a partir do mesmo  
48 co-mônômero dimetacrilato fotoativado, incorporando frações de massa de 75%

1 de partículas de tamanho micrométrico e 78% de partículas submicrométricas. Os  
2 dados quantitativos foram analisados no nível de significância de  $p < 0.05$ .  
3 **Resultados.** Ambos os sistemas de cargas exibiram uma variação de tamanho de  
4 grão limitado ( $175 \pm 30$  e  $1000 \pm 200$  nm), com diferenças restritas ao tamanho e  
5 à área específica das partículas. Os compósitos foram semelhantes em  
6 radiopacidade, resistência à flexão, fratura de trabalho, e deformação. O  
7 compósito submicrométrico foi mais duro mas tinham menor módulo de flexão e  
8 grau de conversão C=C. **O menor grau de conversão do material com mais**  
9 **alta carga pode também ser devido a reduzida mobilidade dos monômeros**  
10 **ao redor das partículas de carga.** Não houve diferenças significativas na  
11 rugosidade antes da escovação, embora o compósito submicrométrico tenha tido  
12 maior brilho. Escovação aumentou a rugosidade e diminuiu o brilho em ambos  
13 os materiais, mas o compósito submicrométrico reteve maior brilho após  
14 escovação. **Significância.** O sistema monomodal de cargas de vidro  
15 submicrométrica demonstrou potencial para uso em restauração de resina  
16 composta, particularmente devido a melhora das propriedades estéticas.

17 **18) Influence of photoinitiator system and nanofiller size on the**  
18 **optical properties and cure efficiency of model composites**  
19 **Vinicius E. Salgado, Pedro Paulo A.C. Albuquerque, Larissa Maria**  
20 **Cavalcante, Carmem S. Pfeifer, Rafael R. Moraes, Luis Felipe J. Schneider**  
21 **Objetivo.** Para estabelecer a relação entre o sistema fotoiniciador e tamanho das  
22 nanopartículas sobre as propriedades ópticas e eficiência de polimerização de  
23 resinas experimentais. **Métodos.** Resinas experimentais baseadas em BisGMA /  
24 TEGDMA (60:40 mol%) foram carregadas com 40% em peso, com tamanho de  
25 partículas de carga de 7 nm ou 16 nm. Um dos seguintes sistemas fotoiniciadores  
26 foram adicionados: canforoquinona (CQ) associado com uma amina (EDMAB),  
27 óxido de mono acil fosfina (TPO), ou óxido de bis acil fosfine (BAPO). As  
28 propriedades ópticas das espécimes em forma de disco foram medidas 24 h após  
29 a polimerização e repetidas após um armazenamento na água por 90 dias e café  
30 durante 15 dias. Uma unidade de LED de largo espectro (Bluephase G2, Ivoclar  
31 Vivadent) foi utilizado para a fotoativação. CIE  $L^* a^* b^*$  parâmetros, diferenças  
32 de cor ( $\Delta E$ ), e parâmetros de translucidez (TP) foram calculados. As leituras de  
33 dureza Knoop foram tomadas nas superfícies topo e base das resinas  
34 compostas. **Resultados.** Eficiência de polimerização foi determinada pela relação  
35 de dureza topo/base. Os dados foram analisados estatisticamente em  $\alpha = 0,05$   
36 nível de significância. Resinas formuladas com partículas de 16 nm  
37 apresentaram maior CIE  $L^*$  do que aqueles com partículas de 7 nm em todas as  
38 condições de armazenamento. Resinas baseadas em BAPO geralmente tinham  
39 mais baixos CIE  $a^*$  que as outras resinas. O grupo TPO + 16 nm antes do  
40 armazenamento e todos os grupos com partículas de carga de 16 nm após a  
41 armazenagem tiveram menor CIE  $b^*$  (ou seja, menor grau de amarelamento) do  
42 que os outros grupos. Materiais com TPO apresentaram maior estabilidade de  
43 cor. **O principal componente das resinas compostas que significativamente**  
44 **afeta a translucidez é o conteúdo inorgânico, e a quantidade, tamanho e**  
45 **forma das partículas de carga afetam a dispersão da luz. Quando o tamanho**  
46 **das partículas está abaixo do comprimento de onda da luz visível, é**  
47 **considerado que ela pode não dispersar ou absorver este comprimento de**  
48 **onda. Outro fator que afeta a translucidez é a diferença entre o índice de**  
49 **refração das partículas e da matriz. Quando o grau de conversão aumenta, a**

1 diferença entre os índices de refração diminui, o que significa que  
2 compósitos que atingiram baixa conversão provavelmente tiveram maior  
3 dispersão de luz. Quanto menor for o grau de conversão mais alta pode ser  
4 a diferença entre os índices de refração entre as partículas de carga e da  
5 matriz de resina. O sistema fotoiniciador em compósitos dentais é um grupo  
6 de moléculas capazes de absorção de luz e como resultado, direta ou  
7 indiretamente, dar início a reação de polimerização. Associação da  
8 canforoquinona (CQ) com a amina terciária tem sido amplamente usada  
9 como sistema fotoiniciador desde a introdução de compósitos dentais de  
10 ativação por luz visível. A fotoativação da canforoquinona traz uma forte cor  
11 amarela para o material e por razões estéticas, o uso de sistemas  
12 fotoativadores alternativos a canforoquinona/ amina tem sido sugerido. O  
13 uso de fotoiniciadores menos amarelos como os derivados do óxido de  
14 fosfina, conhecido como TPO ou óxido de *bis* acil fosfina (BAPO) podem  
15 minimizar problemas relacionados a instabilidade de cor de materiais com  
16 canforoquinona. A eficiência de polimerização não foi significativamente afetada  
17 pelo sistema fotoiniciador ou tamanho de partícula. CQ + 7 nm teve a menor e  
18 BAPO + 16 nm os maiores valores de dureza. *Significância clínica.* Combinação  
19 de sistema fotoiniciador e tamanho da partícula de carga pode afetar as  
20 propriedades ópticas das resinas, com pouca influência sobre a eficiência de  
21 polimerização.

## 22 **19) Mechanical and physical properties of silorane and methacrylate-based** 23 **composites**

24 **Isabel Cristina Celerino de Moraes Porto, Flávio Henrique Baggio de Aguiar,**  
25 **William Cunha Brandt, Priscila Christiane Susy Liporoni**

26 *Objetivos:* Este estudo mediu o grau de conversão (DC), sorção, solubilidade e  
27 microdureza de metacrilato (Filtek Z250 e Filtek Z350XT) e resinas à base de  
28 silorano (Filtek P90). *Métodos:* DC foi medido utilizando espectroscopia do  
29 infravermelho imediatamente e 24 h após a fotoativação. **Entretanto, as**  
30 **partículas não interferem com a faixa do espectro que é usado para**  
31 **determinar a porcentagem de conversão da resina.** Medições de sorção e  
32 solubilidade foram realizadas após 24 h, 4 semanas e 12 semanas de  
33 armazenamento em água. Microdureza Knoop foi medida após 24 h e depois de  
34 termociclagem. Os dados foram analisados estatisticamente utilizando ANOVA  
35 seguido por Tukey's, Tamhane ou paired t-tests ( $\alpha = 0,05$ ). *Resultados:* O DC  
36 para P90 ( $37,22 \pm 1,46$ ) foi significativamente menor do que Z250 ( $71,44 \pm 1,66$ )  
37 e Z350 ( $71,76 \pm 2,84$ ). A sorção de água foi maior na Z250 e menor na P90.  
38 Todas as resinas testadas apresentaram valores semelhantes após 24 h de  
39 imersão, e não foram observadas diferenças significativas. Não foram  
40 observadas diferenças significativas entre as solubilidades das resinas P90 (12  
41 semanas) e Z250 ou Z350 (4 semanas). Valores KHN foram  
42 menos elevados para a resina P90 e semelhante para as resinas Z250 e Z350.  
43 Efeito da termociclagem nos valores KHN foi observada para todos os  
44 compostos ( $p < 0,001$ ). *Conclusões:* Silorano produziu os menores valores DC e  
45 KHN e exibiu baixa sorção de água e solubilidade em comparação as resinas à  
46 base de metacrilato. Estas diferenças sugerem que as resinas com silorano  
47 exibem uma melhor estabilidade hidrolítica após 3 meses de imersão em água  
48 em comparação com as resinas à base de metacrilato convencionais.  
49 *Significância clínica:* Silorano apresentou maior estabilidade hidrolítica após 3



1 meses de imersão em água do que as resinas à base de metacrilato, apesar de  
2 valores mais baixos de DC e KHN.

### 3 4 **20) Degree of conversion and microhardness of TPO-containing** 5 **resin-based composites cured by polywave and monowave**

6 **LED units** Ario Santini, Vesna Miletic, Michael D. Swift, Mark Bradley

7 *Objetivos:* Para determinar o grau de conversão (DC) e microdureza Knoop  
8 (KHN) de resinas compostas contendo óxido trimetilbenzoiil-difenilfosfina (TPO)  
9 polimerizado por polywave ou monowave LED unidades de fotoativação.

10 *Métodos:* Três grupos (cada n = 5) de Tetric EvoCeram (Ivoclar Vivadent), Vit-I-  
11 escence [(Ultradent) e Herculite XRV Ultra (Kerr) foram preparados em moldes de  
12 Teflon (5 mm de diâmetro e 2 mm de espessura) e polimerizadas com polywave  
13 Bluephase G2 (Ivoclar Vivadent), polywave Valo (Ultradent) ou monowave  
14 Bluephase (Ivoclar Vivadent; controle), resultando em nove grupos. DC e KHN  
15 foram determinados utilizando espectroscopia de Raman e microdureza Knoop,  
16 respectivamente. Cromatografia líquida de alta resolução e espectroscopia de  
17 ressonância magnética nuclear foram utilizados para confirmar a presença ou  
18 ausência de TPO nos três materiais não polimerizados. Os dados foram  
19 analisados estatisticamente por ANOVA dois critérios e um critério e DC e KHN  
20 foram correlacionados através da correlação de Pearson ( $\alpha = 0,05$ ). *Resultados:*

21 TPO foi confirmado em Tetric EvoCeram e Vit-I-escence mas não em Herculite  
22 XRV Ultra. Todos as três fontes de luz produziram comparável KHN para Tetric  
23 EvoCeram e Herculite XRV Ultra ( $p > 0,05$ ). Ambos as fontes de luz polywave  
24 resultaram em significativamente mais elevada KHN para Vit-I-escence e maior  
25 DC para Tetric EvoCeram e Vit-I-escence do que para o monowave Bluephase  
26 ( $p < 0,05$ ). Por outro lado, Bluephase apresentou maior DC que as duas fontes  
27 de luz polywave em Herculite XRV Ultra ( $p < 0,05$ ). Coeficiente de correlação de  
28 Pearson foi  $r = 0,818$ . *Conclusões:* Fontes de luz Polywave LED melhoraram a  
29 conversão de monômero em polímero e KHN nas duas resinas compostas  
30 contendo TPO, mas não em Herculite XRV Ultra. DC e KHN foram linearmente  
31 correlacionados em todas as três resinas compostas. Vit-I-escence apresentou a  
32 maior DC e KHN dos três materiais testados. **A desvantagem de TPO e outros**  
33 **fotoiniciadores alternativos é a absorção de luz deslocada para o espectro**  
34 **de luz UV os quais são incompatíveis com o espectro de luz da unidade de**  
35 **luz de polimerização LED. O estreito espectro de luz dos comercialmente**  
36 **disponíveis LED é limitado para 420- 490 nm para coincidir com o pico de**  
37 **absorção da canforoquinona o que pode conduzir para insuficiente**  
38 **capacidade das unidades de luz de cura, independente da sua intensidade**  
39 **de luz, para curar materiais resinosos que contenham iniciadores diferentes**  
40 **da canforoquinona. Significância clínica:** O uso de LEDs polywave melhoram  
41 significativamente tanto a DC e KHN de materiais que contêm TPO. Isto deve ser  
42 tomado em conta quando se polimeriza tons mais claros de resina composta até  
43 mesmo se os fabricantes não indicam a presença de TPO em seus materiais.

### 44 45 **21) Progress in dimethacrylate-based dental composite** 46 **technology and curing efficiency**

47 **Julian G. Leprince, William M. Palin, Mohammed A. Hadis, Jacques Devaux,**  
48 **Gaetane Leloup**

49 *Objetivos.* Este trabalho tem como objetivo revisar os fatores chaves que  
50 afetam a eficiência de polimerização de resinas compostas ativado por luz. As

1 diferentes propriedades e métodos utilizados para avaliar a eficiência de  
2 polimerização poderão ser criticamente avaliados com foco no desenvolvimento  
3 em tecnologia para fotopolímeros dentais e como os avanços recentes têm  
4 tentado melhorar as deficiências de resinas compostas contemporâneas.  
5 *Métodos.* Além da literatura clássica sobre o assunto, a avaliação centrou-se  
6 especialmente em artigos publicados desde 2009. A pesquisa bibliográfica foi  
7 realizada em Scopus com os termos " resina dental OU dimetacrilato". A lista foi  
8 exibida e todos os documentos relevantes para os objetivos deste trabalho foram  
9 incluídos. *Resultados.* Embora as novas tecnologias de monômeros tenham sido  
10 desenvolvidas e algumas delas já introduzidas no mercado dental, **compósitos à**  
11 **base de metacrilato ainda representam atualmente a grande maioria dos**  
12 **materiais disponíveis comercialmente para a restauração direta.** A  
13 fotopolimerização de resinas compostas tem sido objeto de inúmeras  
14 publicações, que destacam o grande impacto do processo de endurecimento  
15 sobre as propriedades do material e qualidade da restauração final. Muitos  
16 fatores afetam a eficiência de polimerização, sejam eles intrínsecos; tipo de  
17 fotoiniciador e concentração, viscosidade (relação e composição de co-  
18 monômero, conteúdo de carga) e propriedades ópticas, ou extrínsecos; tipo de luz  
19 e espectro, parâmetros de irradiação (energia radiante, tempo e irradiância), a  
20 modo de polimerização, a temperatura e o posicionamento da fonte de luz.  
21 **Existem atualmente evidências convincentes que a viscosidade inicial da**  
22 **resina é um importante parâmetro na cinética da reação e final do grau de**  
23 **conversão de polímeros de dimetacrilato, o que afeta a mobilidade dos**  
24 **monômeros e a sua reatividade. Dois fatores podem afetar a viscosidade**  
25 **local do sistema de monômeros: primeiro, a composição do monômero, e**  
26 **segundo, o conteúdo de carga. Variações na estrutura molecular dos**  
27 **monômeros (di ou polimetacrilato, peso molecular) e proporções podem**  
28 **significativamente afetar a eficiência de polimerização. Cargas também têm**  
29 **um maior impacto sobre a eficiência de polimerização e as partículas dentro**  
30 **da resina contribuem para uma diminuição do grau máximo de conversão.**  
31 **Mesmo num constante volume, diferenças no tamanho da carga e**  
32 **geometria, resultam em significativa diferença no grau de conversão. Isso**  
33 **pode ocorrer devido a diferenças na mobilidade dos monômeros, modulada**  
34 **por variações na área de contato resina-carga, o qual pode levar a**  
35 **mudanças na viscosidade da resina ao redor da carga, favorecendo uma**  
36 **vitrificação precoce.**

37 **22) Influence of viscosity and amine content on C=C conversion and**  
38 **color stability of experimental composites**  
39 **Fernanda Missio Camargo, Álvaro Della Bonaa, R.R. Moraes, C.R. Coutinho**  
40 **de Souza, Luis Felipe Schneider**

41 *Objetivos.* Para investigar a influência da canforquinona (CQ): relação da  
42 amina sobre o grau de conversão C=C (DC) e a estabilidade da cor dos  
43 compósitos dentários experimentais formulados com diferentes viscosidades de  
44 co-monômero, indiretamente determinados por variações na taxa de co-  
45 monômeros. *Materiais e métodos.* Compósitos experimentais foram formulados  
46 em duas diferentes proporções molares de Bis:TEGDMA (50:50 e 70:30). As  
47 viscosidades foram avaliadas com um viscosímetro. Para cada compósito  
48 formulado, quatro diferentes proporções de CQ: amina foram adicionadas: 1: 1, 1:

1 2, 1: 3 OR 1: 4% molar. Os materiais foram carregados com 40% em peso de  
2 partículas de vidro silanizadas. DC foi determinado por espectroscopia de  
3 infravermelho transformada por Fourier com o modo de reflectância atenuada  
4 (ATR-FTIR). Um espectrofotômetro foi utilizado para medir o sistema CIE L \* a \*  
5 b \* da coordenada cor 24 h após a polimerização e após 2 meses de  
6 armazenamento em água. As alterações de cor ( $\Delta E$ ) foram calculados. Dados  
7 foram analisados estatisticamente por meio de análises de variância (ANOVA),  
8 Tukey e teste de Student-t ( $\alpha = 0,05$ ). *Results.* O 50:50 BisGMA: co-monômero  
9 TEGDMA apresentou menor viscosidade do que 70:30. DC foi afetado pela  
10 proporção CQ: amina, e não pela viscosidade do co-monômero, mas a interação  
11 entre estes dois fatores foi significativa. Coordenadas a \* b \* foram  
12 dependentes da proporção CQ : amina ou BisGMA:TEGDMA, enquanto L \* não  
13 foi. Valores de b \* estavam diretamente relacionadas com a quantidade de amina  
14 na formulação, independentemente da viscosidade do co-monômero.  $\Delta E$  foi  
15 dependente da quantidade de amina, mas não da viscosidade do material.  
16 *Significância.* DC foi influenciado pela proporção CQ: amina. A influência da  
17 viscosidade em DC foi dependente da proporção CQ: amina e exibiu  
18 comportamento distinto. Coordenadas a \* e b \* foram afetadas pela proporção  
19 CQ: amina e BisGMA:TEGDMA A alteração da cor ( $\Delta E$ ) foi afetada pela  
20 proporção CQ: amina mas não pela viscosidade. **BisGMA é um monômero de**  
21 **alto peso molecular com alta viscosidade. Essas características não**  
22 **permitem que este monômero seja usado sozinho nas formulações de**  
23 **resinas compostas dentais. Co-monômeros com baixa viscosidade são**  
24 **usados como diluentes, particularmente o trietilenoglicol dimetacrilato**  
25 **(TEGDMA)**

26 **23) Physico-mechanical characteristics of commercially available**  
27 **bulk-fill composites**

28 **Julian G. Leprince, William M. Palin, Julie Vanacker, Joseph Sabbagh,**  
29 **Jacques Devaux, Gaetane Leloup**

30 *Objetivos:* Resinas bulk-fill têm surgido, sem dúvida, como uma nova " classe "  
31 de resinas compostas, as quais afirmam serem capazes de restauração em  
32 camadas espessas, de até 4 mm. O objetivo deste trabalho foi comparar, em  
33 condições ideais de polimerização, as propriedades físico-mecânicas das mais  
34 atuais resinas compostas bulk-fill disponíveis com duas resinas compostas  
35 convencionais escolhidas como referência, uma com alto conteúdo de carga e  
36 uma resina composta "nanohíbrida" fluida. *Métodos:* Tetric EvoCeram Bulk-Fill  
37 (Ivoclar-Vivadent), Venus Bulk Fill (Heraeus Kulzer), SDR (Dentsply), X-tra Fil  
38 (VOCO), X-tra Base (VOCO), Sonic Fill (Kerr), Filtek Bulk-Fill (3M-Espe), Xenius  
39 (GC) foram comparados com os dois materiais de referência. Os materiais foram  
40 fotopolimerizados durante 40 s em um molde de teflon de 2 mm X 2 mm X 25  
41 mm. Grau de conversão foi medido por espectroscopia de Raman, módulo de  
42 elasticidade e resistência à flexão foram avaliadas por flexão em três pontos,  
43 dureza de superfície usando microindentador Vickers antes e após 24 h de  
44 armazenamento no etanol, conteúdo de carga em peso por análise  
45 termogravimétrica. A relação de dureza de superfície antes e após o  
46 armazenamento no etanol foi considerada como uma avaliação de amolecimento  
47 do polímero. Os dados foram analisados por ANOVA um critério e teste post hoc  
48 de Tukey ( $p = 0,05$ ). Resultados: As propriedades mecânicas dos compósitos  
49 bulk-fill foram em sua maioria menores em comparação com o material

1 convencional de alta viscosidade, e, no melhor dos casos, comparável a resina  
2 fluida convencional. Correlações lineares das propriedades mecânicas  
3 investigados eram pobres com grau de conversão ( $0,09 < R < 0,41$ ) e boa com  
4 teor de carga ( $R > 0,8$ ). Amolecimento em etanol revelou diferenças na densidade  
5 da rede de polímero entre os tipos de materiais. *Conclusão:* A redução de tempo  
6 e melhoria da conveniência associada com materiais bulk-fill é uma clara  
7 vantagem desta classe particular de material. No entanto, um compromisso com  
8 as propriedades mecânicas comparadas com materiais nanohíbridos  
9 convencionais comercialmente disponíveis foi demonstrado pelo presente  
10 trabalho. **Finalmente, é importante mencionar que os valores presentes**  
11 **foram medidos sob condições ideais de laboratório, alta irradiância, tempo**  
12 **de polimerização mais longo e alta proximidade da fonte de luz com a**  
13 **amostra, o qual pode não necessariamente ser esperado na prática clínica.**  
14 **A comparação de propriedades de resinas compostas comerciais é**  
15 **dificultada, pois parâmetros como o tamanho das partículas e morfologia,**  
16 **tipo de monômero e proporção ou química do fotoiniciador variam**  
17 **grandemente entre os produtos, e não há informação precisa por parte dos**  
18 **fabricantes.**

19

# INSTRUCTIONS TO AUTHORS

New Instructions as of 20 September 2008

Operative Dentistry requires electronic submission of all manuscripts. All submissions must be sent to Operative Dentistry using the [Allen Track upload site](#). Your manuscript will only be considered officially submitted after it has been approved through our initial quality control check, and any problems have been fixed. You will have 6 days from when you start the process to submit and approve the manuscript. After the 6 day limit, if you have not finished the submission, your submission will be removed from the server. You are still able to submit the manuscript, but you must start from the beginning. Be prepared to submit the following manuscript files in your upload:

- A Laboratory or Clinical Research Manuscript file must include:
  - a title
  - a running (short) title
  - a clinical relevance statement
  - a concise summary (abstract)
  - introduction, methods & materials, results, discussion and conclusion
  - references (see Below)
  - The manuscript **MUST NOT** include any:
    - identifying information such as:
      - Authors
      - Acknowledgements
      - Correspondence information
    - Figures
    - Graphs
    - Tables
- An acknowledgement, disclaimer and/or recognition of support (if applicable) must in a separate file and uploaded as supplemental material.
- All figures, illustrations, graphs and tables must also be provided as individual files. These should be high resolution images, which are used by the editor in the actual typesetting of your manuscript. Please refer to the instructions below for acceptable formats.
- All other manuscript types use this template, with the appropriate changes as listed below.

Complete the online form which includes complete author information and select the files you would like to send to Operative Dentistry. Manuscripts that do not meet our formatting and data requirements listed below will be sent back to the corresponding author for correction.

## GENERAL INFORMATION

- All materials submitted for publication must be submitted exclusively to Operative Dentistry.
- The editor reserves the right to make literary corrections.
- Currently, color will be provided at no cost to the author if the editor deems it essential to the manuscript. However, we reserve the right to convert to gray scale

1 if color does not contribute significantly to the quality and/or information content  
2 of the paper.

- 3 • The author(s) retain(s) the right to formally withdraw the paper from consideration  
4 and/or publication if they disagree with editorial decisions.
- 5 • International authors whose native language is not English must have their work  
6 reviewed by a native English speaker prior to submission.
- 7 • Spelling must conform to the American Heritage Dictionary of the English  
8 Language, and SI units for scientific measurement are preferred.
- 9 • While we do not currently have limitations on the length of manuscripts, we expect  
10 papers to be concise; Authors are also encouraged to be selective in their use of  
11 figures and tables, using only those that contribute significantly to the  
12 understanding of the research.
- 13 • Acknowledgement of receipt is sent automatically. If you do not receive such an  
14 acknowledgement, please contact us at [editor@jopdent.org](mailto:editor@jopdent.org) rather than resending  
15 your paper.
- 16 • **IMPORTANT:** Please add our e-mail address to your address book on your server  
17 to prevent transmission problems from spam and other filters. Also make sure that  
18 your server will accept larger file sizes. This is particularly important since we  
19 send page-proofs for review and correction as .pdf files.

## 20 **REQUIREMENTS**

### 21 • **FOR ALL MANUSCRIPTS**

- 23 1. **CORRESPONDING AUTHOR** must provide a WORKING / VALID e-  
24 mail address which will be used for all communication with the journal.  
25 **NOTE: Corresponding authors MUST update their profile if their e-mail or**  
26 **postal address changes. If we cannot contact authors within seven days,**  
27 **their manuscript will be removed from our publication queue.**
- 28 2. **AUTHOR INFORMATION** must include:
  - 29 ▪ full name of all authors
  - 30 ▪ complete mailing address **for each author**
  - 31 ▪ degrees (e.g. DDS, DMD, PhD)
  - 32 ▪ affiliation (e.g. Department of Dental Materials, School of  
33 Dentistry, University of Michigan)
- 34 3. **MENTION OF COMMERCIAL PRODUCTS/EQUIPMENT** must  
35 include:
  - 36 ▪ full name of product
  - 37 ▪ full name of manufacturer
  - 38 ▪ city, state and/or country of manufacturer
- 39 4. **MANUSCRIPTS AND TABLES** must be provided as Word files. Please  
40 limit size of tables to no more than one US letter sized page. (8 ½" x 11")
- 41 5. **ILLUSTRATIONS, GRAPHS AND FIGURES** must be provided as  
42 TIFF or JPEG files with the following parameters

- 1                   ▪ line art (and tables that are submitted as a graphic) must be sized at
- 2                    approximately 5" x 7" and have a resolution of 1200 dpi.
- 3                   ▪ gray scale/black & white figures must have a minimum size of 3.5"
- 4                    x 5", and a maximum size of 5" x 7" and a minimum resolution of
- 5                    300 dpi and a maximum of 400 dpi.
- 6                   ▪ color figures must have a minimum size of 2.5" x 3.5", and a
- 7                    maximum size of 3.5" x 5" and a minimum resolution of 300 dpi
- 8                    and a maximum of 400 dpi.
- 9                   ▪ color photographs must be sized at approximately 3.5" x 5" and
- 10                  have a resolution of 300 dpi.

11

## 12       • **OTHER MANUSCRIPT TYPES**

13                   1. **CLINICAL TECHNIQUE/CASE STUDY MANUSCRIPTS** must

14                   include:

- 15                   ▪ a running (short) title
- 16                   ▪ purpose
- 17                   ▪ description of technique
- 18                   ▪ list of materials used
- 19                   ▪ potential problems
- 20                   ▪ summary of advantages and disadvantages
- 21                   ▪ references (see below)

22                   2. **LITERATURE AND BOOK REVIEW MANUSCRIPTS** must include:

- 23                   ▪ a running (short) title
- 24                   ▪ a clinical relevance statement based on the conclusions of the
- 25                    review
- 26                   ▪ conclusions based on the literature review...without this, the review
- 27                    is just an exercise
- 28                   ▪ references (see below)

29

## 30       • **FOR REFERENCES**

31                               **REFERENCES** must be numbered (superscripted numbers)

32                               consecutively as they appear in the text and, where applicable, they should

33                               appear after punctuation.

34                               The reference list should be arranged in numeric sequence at the end of

35                               the manuscript and should include:

- 36                   1. Author(s) last name(s) and initial (ALL AUTHORS must be listed)
- 37                    followed by the date of publication in parentheses.
  
- 38                   2. Full article title.

- 1                    3. Full journal name in italics (no abbreviations), volume and issue numbers  
2                    and first and last page numbers complete (i.e. 163-168 NOT attenuated  
3                    163-68).
- 4                    4. Abstracts should be avoided when possible but, if used, must include the  
5                    above plus the abstract number and page number.
- 6                    5. Book chapters must include chapter title, book title in italics, editors'  
7                    names (if appropriate), name of publisher and publishing address.
- 8                    6. Websites may be used as references, but must include the date (day, month  
9                    and year) accessed for the information.
- 10                   7. Papers in the course of publication should only be entered in the references  
11                   if they have been accepted for publication by a journal and then given in  
12                   the standard manner with "In press" following the journal name.
- 13                   8. **DO NOT** include unpublished data or personal communications in the  
14                   reference list. Cite such references parenthetically in the text and include a  
15                   date.
- 16



1 **ARTIGO EM INGLÊS**

2

3 **Title Page**

4

5 Title: Microhardness of composite resins as a function of their inorganic content

6

7

8 Short title: Microhardness and inorganic content.

9

10

11 **Marta Fávaro Costa Cesário Pereira**

12 Dentist-Surgeon, Specialist, M.A. Student in Dentistry.

13 Dentistry Graduate Program, Dentistry Field of Concentration, School of Health and  
14 Biosciences, Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba, Paraná, Brazil.

15

16

17 **Sérgio Vieira** (corresponding author)

18 Dentist-Surgeon, Specialist, Master and Doctor of Dentistry.

19 Dentistry Graduate Program, Dentistry Field of Concentration, School of Health and  
20 Biosciences, Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba, Paraná, Brazil.

21 Rua Imaculada Conceição, 1155 - Prado Velho

22 CEP: 80215-901 Curitiba - PR - Brazil

23 Tel: +55 (41) 3271-1637; Fax: +55 (41) 3271-1405

24 E-mail: s.vieira@pucpr.com.br

25

1 **Abstract**

2  
3 The aim of this study was to evaluate the Knoop microhardness (KHN-  
4 kg/mm<sup>2</sup>) of the top and bottom surfaces of composite resins in relation to their  
5 inorganic content (%). Eleven A2 shade composite resins were investigated: Filtek  
6 Z250 XT (Z250), Filtek Z350 XT (Z350), Venus (VEN), Charisma (CHA),  
7 Charisma Opal (CHAO), Charisma Diamond (CHAD), Opallis (OPAL), Esthet-X  
8 HD (ESTH), Premisa (PRE), Brilliant NG (BRIL), and TPH3 (TPH). KHN values  
9 were measured after storage in a dark environment at 37°C for 24 h at under high  
10 relative humidity. Subsequently, the specimens were heated to determine their  
11 inorganic content. The KHN data for the top and bottom surfaces were subjected  
12 to two-way ANOVA and Tukey's HSD test; Pearson's Correlation test was used to  
13 correlate KHN and inorganic content. The significance level adopted for all tests  
14 was  $\alpha=5\%$ . The Z250 resin presented the highest values, and the OPAL resin the  
15 lowest, for KHN at the top and bottom surfaces. The inorganic content ranged  
16 from 77.62% to 68.77%, with CHAD showing the highest percentage and OPAL,  
17 the lowest. In conclusion, the correlation between the variable microhardness and  
18 inorganic content is material dependent, given that for this study, most of the  
19 composite resins assessed showed an increase in microhardness with an  
20 increase in inorganic content. Top surface microhardness was higher than that of  
21 the bottom surface, regardless of the composite resin.

22  
23  
24

25 *Key words: hardness, composite resin, filler particle size.*

26  
27  
28  
29

30 Clinical relevance: This study may be useful to clinicians in choosing  
31 composite resins with the best mechanical properties, leading to improved clinical  
32 performance and increased longevity.

33

## 1 Introduction

2 Since the development of the first composite resins, many efforts have  
3 been made to improve their clinical performance.<sup>1,2</sup> Composite resins consist of a  
4 polymeric matrix combined with inorganic fillers reinforced with silane, which  
5 promotes bonding between the organic matrix and the fillers.<sup>3,4</sup> Research on the  
6 matrix of composite resins is primarily based on the development of new  
7 monomers, whereas studies on filler content focus on the amount, particle size,  
8 silanization, and development of new particles.<sup>1</sup> Such studies are of great  
9 importance because of the mechanical properties, such as compression strength,  
10 hardness, flexural strength and modulus of elasticity, of composite resin are highly  
11 dependent on the amount, size, and shape of the filler particles.<sup>1,2</sup>

12 Several classification systems for composite resins have been developed  
13 based on the size of the filler particles.<sup>4,5</sup> According to Ferracane,<sup>6</sup> within each  
14 type of composite, the materials are distinguished by the characteristics of their  
15 reinforcement fillers and particularly their size. Microparticle resins typically  
16 contain 40-50 nm silica filler, microhybrid resins contain 0.4-1  $\mu\text{m}$  glass filler in  
17 addition to 40 nm silica filler, and the most recent innovation has been the  
18 development of nanoparticle composites, which contain particles with an average  
19 size of 1-100 nm.<sup>6</sup> Numerous manufacturers have modified their microhybrid resin  
20 formulas to include more nanoparticles. This group has been referred to as  
21 nanohybrid resins. Nanoparticle and nanohybrid materials represent the most  
22 current technology in terms of filler formula.<sup>6,7</sup> Nanocomposites include  
23 nanohybrids, which contain glass powder filler and discrete nanoparticles, and  
24 nanoparticles, which contain nano-sized particles and clusters.<sup>7,8</sup>

25 The polymerization efficiency of a composite resin can be evaluated using  
26 either direct or indirect methods; indirect methods include the Knoop and Vickers  
27 indentation microhardness tests, which are the most widely used.<sup>9</sup> The hardness  
28 of a composite is the quality of a material to provide resistance to degradation  
29 forces and improve restorative function. Microhardness tests are relatively simple  
30 methods that provide reliable results.<sup>10,11</sup>

31 The mechanical properties relate mainly to filler content, where composites  
32 with the most amount of filler are stronger, harder and more resistant.<sup>6</sup> As such,  
33 the aim during manufacture of these materials is to maximize the amount of filler

1 and minimize the particle size without adversely affecting other properties.<sup>5</sup> The  
2 filler percentage can be expressed in terms of mass or volume, and both can be  
3 used to study the influence of the filler amount on the mechanical properties.<sup>3</sup>

4 Dental composites currently used possess mechanical properties that are  
5 suitable for use in all areas of the mouth. However, there are concerns regarding  
6 fracture and wear of these materials when placed under high-stress situations,  
7 such as in patients with bruxism or parafunctional habits.<sup>6</sup> Wear is considered a  
8 minor problem with currently used composites, largely due to the size of the  
9 particles, which can significantly reduce the intensity of abrasive wear. However,  
10 when used in substantial restorations, for example, several teeth in one quadrant,  
11 and when used to rebuild cuspids, the wear of these materials should be  
12 considered.<sup>6</sup>

13 The aim of this study was to evaluate the microhardness of the top and  
14 bottom surfaces of composite resins in relation to their inorganic content. The null  
15 hypotheses tested in the study are:

- 16 1) There is no significant difference in the average microhardness (KHN)  
17 values in relation to surface (top and bottom), regardless of the resin.
- 18 2) There is no significant correlation between the variables of  
19 microhardness (KHN) and inorganic content (%).

20

1 **Materials and Methods**

2 Table 1 shows the 11, A2 shade, composite resins evaluated for this study.

3

4

Table1: Description of the resins used in this study.

Product Manufacturer	Batch	Matrix	Photoinitiator	Filler	Inorganic Content
Filtek Z250 XT <b>(Z250)</b> 3M Espe, St. Paul, MN, USA	1326700385	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, PEGDMA Bis-EMA	NI*	0.2 nm Silica 0.1-10 µm Zirconia/Silica	81.8%
Filtek Z350 XT <b>(Z350)</b> 3M Espe, St. Paul, MN, USA	1320400385	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, PEGDMA, Bis-EMA	NI*	0.2 µm Silica 4-11 µm Zirconia	78.5%
Venus <b>(VES)</b> Heraeus-Kulzer, Hanau, Germany	10406	Bis-GMA	NI*	∅ 0.7 µm; max < 2 µm barium aluminum fluoride glass ∅ 0.04 µm dispersed silicon dioxide	78%
Charisma <b>(CHA)</b> Heraeus-Kulzer, Hanau, Germany	10600	Bis-GMA	NI*	0.02-2 µm barium aluminum fluoride glass 0.02-0.07 µm highly dispersed silicon dioxide	78%
Charisma Opal <b>(CHAO)</b> Heraeus-Kulzer, Hanau, Germany	10101	Bis-GMA	NI*	0.02-2 µm barium aluminum glass 0.02-0.07 µm highly dispersed silica	78%
Charisma Diamond <b>(CHAD)</b> Heraeus-Kulzer, Hanau, Germany	10045	TCI-DI-HEA de UDMA	NI*	5 nm-20 µm fillers Barium aluminum fluoride glass Highly discrete nanoparticles	82%
Opallis <b>(OPAL)</b> FGM Joinville, SC, Brazil	200513	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, Bis-EMA	Camphorquinone	Barium aluminosilicate glass Silicon dioxide nanoparticle 40 nm to 3.0 µm particles and average size of 0.5 µm	78.5% to 79.8%
Esthet-X HD <b>(ESTH)</b> Dentsply, Milford, DE, USA	951136G	Bis-GMA, TEGDMA, Bis-EMA	Camphorquinone	0.4 to 0.7 µm barium fluoro borosilicate glass and 0.04 µm nanosilica	NI*
TPH3 <b>(TPH)</b> Dentsply, York, PA, USA	9455916	Bis-GMA	NI*	Silanized barium aluminum borosilicate glass Silanized barium fluoro alumino borosilicate glass Silica	75%
Brilliant NG <b>(BRIL)</b> Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brazil	1304744	Bis-GMA, TEGDMA, Bis-EMA,	NI*	0.1-2.5 µm particles Average size of 0.6 µm	80%
Premisa <b>(PRE)</b> Kerr, Orange, CA, USA	5024796	Bis-GMA, TEGDMA	Camphorquinone	Barium aluminum borosilicate glass with silica nanofiller	84%

5

Data supplied by the manufacturer

\* No information

6

7

8

1 *Knoop Microhardness*

2 Ten specimens were manufactured with each composite resin using a two-  
3 part metal mold, 5 mm in diameter and 2 mm thick. Under low-light conditions, the  
4 mold was placed on a glass slide (Kasvi, Curitiba, PR, Brazil), ranging in  
5 thickness from 0.13 to 0.16 mm, covered with a polyester strip (Maquira, Maringá,  
6 PR, Brazil). The composite resin was inserted in a single motion to avoid forming  
7 bubbles. The top surface of the mold was covered with another polyester strip  
8 with a glass slide, and the entire assembly was pressed for 15 s using clamps.  
9 Each specimen was photoactivated at the top surface for 40 s with a light intensity  
10 of 1200 mW/cm<sup>2</sup> using a Radium-call LED light source (SDI, Bayswater, Victoria,  
11 Australia) at a standardized light incidence perpendicular to the sample surface.  
12 After polymerization, the specimens were carefully removed from the mold, the  
13 bottom was highlighted with a permanent marker, any excess was removed using  
14 a #15 scalpel blade (BD Company, Franklin Lakes, NJ, USA) and the specimens  
15 were stored in the dark for 24 h, at 37°C, at high relative humidity to facilitate  
16 monomer conversion.

17 After 24 h, the top of each specimen was manually filled for 30 s using  
18 1200-, 1500- and 2000-grit SiC sandpaper (3M, Sumaré, SP, Brazil) and water.  
19 The specimens were then polished using felt and grade 1 and ¼ micron diamond  
20 paste (Arotec, Cotia, SP, Brazil) for 1 min. Between each cycle of filling and  
21 polishing, the samples were agitated by ultrasonication in distilled water.

22 The microhardness test (HNV-2T, Shimadzu, Tokyo, Japan) was  
23 conducted with a Knoop indenter at a constant load of 200 g for 20 s to create five  
24 indentations on the top surface and five on the bottom surface of each sample, at  
25 a distance of 1.5 mm from one another. In order to avoid reading errors, the top  
26 and bottom surface microhardness measurements were restricted to within 1.0  
27 mm of the edges to avoid any potential effect from the metal mold on the  
28 polymerization of the composite resin.<sup>11,12</sup> The distances and localization of the  
29 indentations were similar for all the specimens.<sup>11,12</sup> The final Knoop  
30 microhardness values (KHN-kg/mm<sup>2</sup>) were obtained from the averages of those  
31 five measurements.

32  
33  
34

1 *Bottom-top ratio*

2 The following formula was used to determine the bottom-top ratio values of  
3 each composite resin:

4  
5 
$$X (\%) = 100 \times \left( \frac{\text{Bottom}}{\text{Top}} \right)$$
  
6  
7

8  
9 *Particle mass fraction*

10 For the heating experiments, 90 mg of each composite resin was prepared  
11 using the same method as that used for the Knoop microhardness test. The  
12 specimens were weighed using an Explorer analytical balance (Ohaus, Union, NJ,  
13 USA) to determine the mass of the polymerized composite resin. To remove the  
14 organic phase, the specimens were incinerated in a muffle furnace (Jung,  
15 Blumenau, SC, Brazil) at 900°C for 60 min at a heating rate of 60°C per min. After  
16 the specimens were heated, they were transferred to a cooling desiccator for 120  
17 min, and then reweighed to determine the mass of the filler particles. The final  
18 value used to determine the mass percent of the inorganic fraction was calculated  
19 using the following formula:

20  
21 
$$X (\text{inorganic}) = \frac{100\% (\text{organic} + \text{inorganic}) \times \text{resin mass after heating}}{\text{resin mass before heating}}$$
  
22  
23

24 *Statistical analysis*

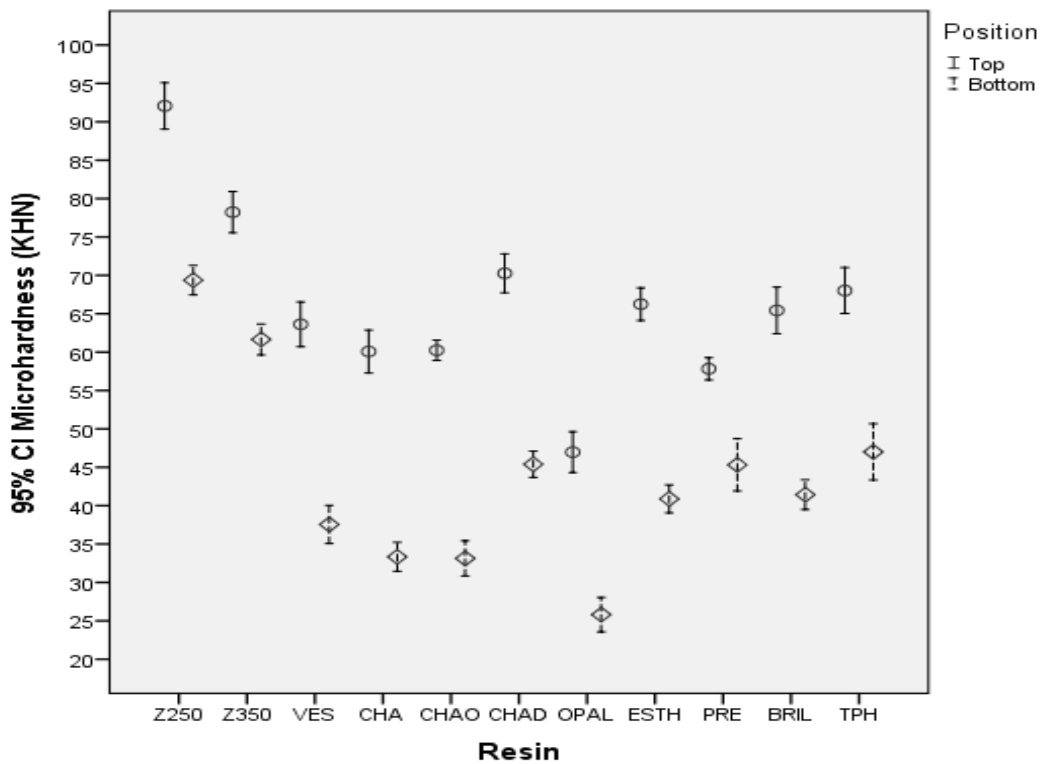
25 For the first hypothesis, the Shapiro-Wilk test was used to verify normality,  
26 the Levene test was used to evaluate homogeneity of variance, the ANOVA test  
27 was used to detect whether there was a difference between the data, and Tukey's  
28 HSD test was used for multiple comparisons. Shapiro-Wilk and Pearson's  
29 Correlation tests were used to verify the second hypothesis. All tests had a  
30 significance level of 0.05. Data analysis was conducted using the SPSS 22.0  
31 software (SPSS Inc., Chicago, IL, USA).

1 **Results**

2 *Microhardness*

3 The top and bottom surface microhardness values for each specimen were  
4 obtained using the average of the five indentations made on each surface, and  
5 are shown in Figure 1.

6



7

8

9 Figure 1. Average values for Knoop microhardness and confidence interval.

10

11 For top and bottom surface microhardness values, the Z250 resin had the  
12 highest average values (top = 92.07 kg/mm<sup>2</sup>, bottom = 69.38 kg/mm<sup>2</sup>) and the  
13 OPAL resin the lowest (top = 46.97 kg/mm<sup>2</sup>, bottom = 25.81 kg/mm<sup>2</sup>).

14 For all the resins evaluated, the values of average top surface  
15 microhardness were larger than those for the bottom surface. The table below  
16 shows the statistical differences in microhardness for the different resins and the  
17 standard deviation.

18

19

20



1  
2  
3  
4  
5  
6  
7  
8  
9  
10  
11  
12  
13  
14  
15  
16  
17  
18  
19  
20  
21  
22

Position Top	Average (KHN) SD
Z250	92.07 (4.22) A
Z350	78.23 (3.76) B
CHAD	70.26 (3.54) C
TPH	68.02 (4.18) C D
ESTH	66.24 (2.97) C D
BRIL	65.44 (4.25) C D E
VES	63.62 (4.06) D E
CHAO	60.24 (1.86) E F
CHA	60.08 (3.91) E F
PRE	57.83 (2.04) F
OPAL	46.97 (3.72) G

Average values followed by the same letter indicate there is no difference at the 0.05 significance level. Different letters indicate a difference at the 0.05 significance level.

Table 3: Bottom microhardness averages (standard deviation)

Position Bottom	Average (KHN) SD
Z250	69.38 (2.69) A
Z350	61.65 (2.81) B
TPH	47.01 (5.14) C
PRE	45.32 (4.76) C D
CHAD	44.07 (2.39) C D
BRIL	41.43 (2.71) C D E
ESTH	40.89 (2.54) D E
VES	37.55 (3.48) E F
CHA	33.34 (2.63) F
CHAO	33.13 (3.21) F
OPAL	25.81 (3.21) G

Average values followed by the same letter indicate there is no difference at the 0.05 significance level. Different letters indicate a difference at the 0.05 significance level.

23 The Z250, Z350 and OPAL composite resins were different from all the  
24 other resins evaluated for both the top and bottom positions, according to Tukey's  
25 HSD test, with  $p < 0.05$ .

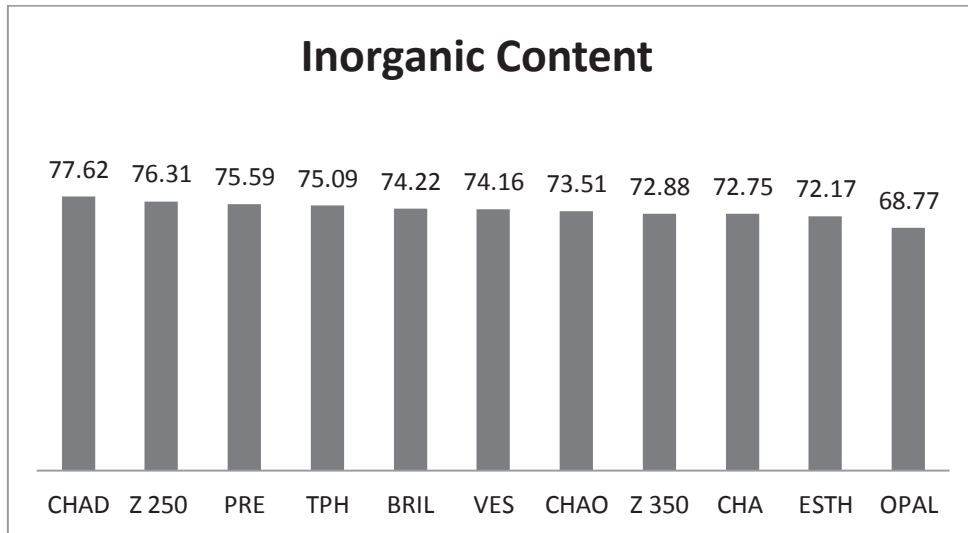
26  
27 Table 4. Knoop microhardness bottom-top ratio.

Material	Z250	Z350	VES	CHA	CHAO	CHAD	OPAL	ESTH	PRE	BRIL	TPH
Bottom-top ratio (%)	75	79	59	55	55	63	55	62	78	63	69

28  
29 The highest value of the bottom-top ratio of 79% was observed for the  
30 Z350 composite resin, and three composite resins (OPAL, CHAO and CHA)  
31 showed the lowest value of 55%.

1 *Particle mass fraction*

2  
3 The inorganic filler content determined for each one of the eleven  
4 composite resins is shown in Figure 2.



6  
7 Figure 2: Percentage of inorganic mass content.

8  
9 The values ranged from 77.62% and 68.77%, with CHAD showing the  
10 highest percentage of filler mass and OPAL the lowest.

11 When measured filler content and microhardness, considering the top  
12 surface it was positive with  $r = 0.5824$  and statistically different from zero, showing  
13 that increased filler content implies in increased microhardness, according to  
14 Pearson's Correlation.

15 Likewise, for the bottom surface the correlation was  $r = 0.5441$  and  
16 statistically different from zero. The correlation for both top and bottom was  
17 presented in the regular range between 0.30 and 0.60.

## 1 Discussion

2 Shade A2 was chosen for this study because it is widely used in other  
3 research protocols, and because its dyes have reduced interference with resin  
4 polymerization.<sup>11</sup> A minimum irradiation of 400 mW/cm<sup>2</sup> has generally been  
5 recommended for all composite resins<sup>2</sup>, and the LED device used had a light  
6 intensity of 1200 mW/cm<sup>2</sup>. The use of an LED was preferred due to its prolonged  
7 lifespan and its low light output degradation over time. LEDs can be battery-  
8 operated and consume little energy in addition to generating a wavelength interval  
9 between 410 nm and 490 nm, which coincides with the central absorption peak of  
10 the photoinitiator, camphorquinone.<sup>13</sup>

11 With regard to the microhardness values on the different surfaces, the data  
12 from this study showed that the average microhardness values of the top surfaces  
13 were higher than those of the bottom surfaces, which led to rejection of the first  
14 hypothesis. The top surface showed increased polymerization of the composite  
15 resin, in line with previous studies.<sup>13,14</sup> Several factors, such as light output  
16 intensity, exposure time, distance between light source and material, material  
17 composition, shade, translucence and increment thickness, strongly impact the  
18 amount of light energy reaching the top and bottom region of the composite resin  
19 specimens.<sup>13</sup> A standard polymerization time of 40 s was used for the eleven  
20 composite resins, 2 mm in thickness, with the light source touching the slide  
21 covering the specimen. The top surface usually receives enough light for  
22 polymerization, but at greater depths with respect to the resin, the light attenuation  
23 results in fewer excited camphorquinone molecules, and the probability of collision  
24 with an amine consequently decreases. As a result, the polymerization reaction  
25 occurs more slowly with less polymerization at the bottom, which leads to a  
26 reduce degree of conversion and hardness.<sup>13</sup>

27 Despite the differences in methodology regarding the filler and time, the  
28 microhardness values for the top surface obtained in this study corroborate the  
29 data obtained by Blackham *et al.*<sup>5</sup> Both these studies report a higher average  
30 Knoop microhardness for the Z250 composite resin compared to the average  
31 values for the ESTH and PRE resins. As observed by Moraes *et al.*<sup>15</sup>, the Z250  
32 resin also presented higher average microhardness values for the bottom surface  
33 when compared to the average values of the TPH3 and PRE resins. This study

1 demonstrated that the top and bottom surface microhardness values for the Z250  
2 and Z350 resins were different from each other and higher than for all the other  
3 composite resins. Therefore, it appears that resins consisting of a mixture of silica  
4 and zirconia particles tend to show increased microhardness when compared to  
5 resins consisting of only glass or silicate glass particles.

6 The microhardness results presented in Figure 1 demonstrate that the  
7 resins showed interaction and difference. The interaction is represented by a  
8 decrease in the average values for top microhardness into bottom microhardness,  
9 which occurred with all resins, despite such decrease behavior being different  
10 between them. In absolute values, it was observed that the PRE resin showed the  
11 smallest decrease in microhardness values on going from the top to the bottom  
12 surface, and the CHAO resin showed the highest decrease. Moreover, the resins  
13 always showed a difference between the top and bottom surface microhardness  
14 values as these two surfaces for a resin never touched, showing that the top  
15 surface microhardness value was always higher than the bottom surface  
16 microhardness value when analyzing the same resin.

17 According to Bouschlicher<sup>16</sup>, a bottom-top hardness ratio above 80%  
18 indicates adequate depth of polymerization. The microhardness values are highly  
19 dependent on the size, weight and volume of the filler particles, as well as on the  
20 chemical composition of the composite resin when the testing tool produces an  
21 indentation that is larger than the particles size.<sup>14</sup> Consequently, the  
22 microhardness values are the average of the filler and matrix microhardness.<sup>14</sup>  
23 According to Torno<sup>9</sup>, calculating the degree of conversion based solely on the  
24 bottom-top ratio may lead to misinterpretations, as the specimen tested can be  
25 poorly polymerized, and if the bottom surface microhardness is similar to that of  
26 the top, this ratio can be higher than 80%.<sup>9</sup> Therefore if only this ratio is taken into  
27 consideration, then among the resins investigated in this study, the PRE  
28 composite resin, showing a bottom-top ratio of 78% (top = 57.83 kg/mm<sup>2</sup>, bottom  
29 = 45.32 kg/mm<sup>2</sup>) could be considered to be similar to the Z350 resin, which  
30 showed a 79% bottom-top ratio (top = 78.23 kg/mm<sup>2</sup>, bottom = 61.65 kg/mm<sup>2</sup>).  
31 Thus, the conventionally used value of 80%-90% for the bottom-top ratio is not  
32 appropriate to evaluate the polymerization efficiency of composite resins, unless a  
33 minimum top and bottom hardness limit is established for composite resins.<sup>9</sup>

1           The data obtained in this study demonstrate a tendency in which an  
2 increase amount of filler mass results in increased microhardness values.  
3 However, that was not true for all the composite resins evaluated, which led to the  
4 second hypothesis being accepted. The eleven composite resins evaluated  
5 showed that the inorganic content exhibited a maximum variation of 12% between  
6 CHAD and OPAL. For values up to 20%, the data distribution is considered  
7 homogeneous based on Pearson's Coefficient of Variation.

8           There are different methods to evaluate the filler amount in relation to  
9 composite resins mass. Thermogravimetric analysis (TGA) and the heating  
10 technique are both based on the elimination of the organic fraction of a composite  
11 resin by heating at a constant temperature, with the remaining part corresponding  
12 to the inorganic filler. The stability pattern observed in the TGA curves beyond  
13 750°C can also be used to validate the heating technique, which involves heating  
14 at 900°C for 1 h. A low standard deviation was observed in both techniques  
15 regarding the percentage of filler particles.<sup>1,3</sup> In this study, we observed a  
16 difference between the data obtained and the data supplied by the manufacturers,  
17 using the heating technique. In all composite resins, the percentage of inorganic  
18 content was lower than that reported by the manufacturers. A possible  
19 explanation for such variation is the thickness of the layer and amount of silane.  
20 The silanization process plays a key role in the bonding of the organic resin matrix  
21 to the inorganic filler. The surface area of the fillers will impact the percentage of  
22 silane used; the smaller the fillers, the higher is the amount of silane.<sup>3,17</sup>

23           The inorganic content is the main component in composite resins that  
24 significantly affects translucence, and the amount, size, and shape of the filler  
25 particles affect light dispersion. When the particle size is lower than the  
26 wavelength of visible light (400 nm to 800 nm), it is likely that the light may not  
27 scatter that wavelength.<sup>18</sup> This could be a likely reason why, in this study, the  
28 highest microhardness values were obtained with the Z250 nanoparticle resin,  
29 since with particles of up to 100 nm there would be no interference of the filler  
30 particles with the passage of light. Conversely, in the OPAL resin with larger filler  
31 particles, the size of which can reach up to 3.0 µm (3.000nm), there would be less  
32 passage of light resulting in lower microhardness values. However, the particles  
33 do not interfere with the spectrum band used to determine the conversion  
34 percentage of the resin.<sup>19</sup>

1           The photoinitiator system used in dental composites is another factor that  
2 can affect microhardness. It represents a group of molecules capable of  
3 absorbing light, thus initiating the polymerization reaction. The association  
4 between camphorquinone (CQ) and the tertiary amine is the most commonly used  
5 photoinitiator system and new photoinitiators, such as the phosphine oxide  
6 derivatives known as TPOs, have been introduced.<sup>18,20</sup> The drawback of TPOs  
7 and other photoinitiators is the light absorption that is directed in the UV light  
8 spectrum and polymerization becomes incompatible with LED use, which may  
9 lead to an insufficient polymerization capacity in resin materials.<sup>20</sup> This may  
10 suggests that, among the eleven resins studied, there may be photoinitiators that  
11 are different from camphorquinone, which interfere with the microhardness  
12 values.

13           In relation to the monomers, although other new types have been  
14 developed, dimethacrylate resins still represent the most widely used  
15 commercially-available material for direct restorations.<sup>21</sup> Monomer viscosity  
16 interferes with the polymerization efficiency of composite resins, once that high-  
17 viscosity monomers present less malleability, a lower degree of conversion and a  
18 lower polymerization rate.<sup>21</sup> All of the eleven resin groups evaluated, feature some  
19 variation of dimethacrylate in their matrix composition; however they are different  
20 in viscosity. The VES, CHA and CHAO resins, whose matrix composition consists  
21 solely of Bis-GMA, which is a high viscosity monomer<sup>22</sup>, presented identical top  
22 and bottom average microhardness values, but they were lower than those  
23 obtained by the Z250, Z350 and CHAD resins, which contain dimethacrylate  
24 monomers of lower viscosities.

25           The comparison between the properties of commercial composite resins is  
26 difficult since parameters such as particle size and morphology, monomer type  
27 and proportion, or chemical composition of the photoinitiator vary greatly between  
28 products, and the information provided by the manufacturers is not accurate.<sup>23</sup>  
29 However, this research can assist clinicians in choosing composite resins with the  
30 best mechanical properties, thus leading to an improved clinical performance and  
31 increased longevity.

32           Finally, it is worth mentioning that the values obtained were measured under  
33 optimal lab conditions of high irradiance, longer polymerization time, and close

- 1 proximity of the specimen to the light source, which may not necessarily be
- 2 expected in clinical practice.<sup>23</sup>

1 **Conclusions**

2           Within the limitations of the work and supported by the data reported in this  
3 study, it was concluded that:

4           1- Top surface microhardness is higher than that the bottom surface,  
5           regardless of the resin type.

6           2- The correlation between the variable microhardness and inorganic  
7           content is dependent, given that for this study most of the composite  
8           resins showed increased hardness as the inorganic content increased.

9

10

11

12

13

14 **Acknowledgements**

15           The authors would like to thank 3M ESPE, Heraeus-Kulzer, FGM, Kerr,  
16 Vigodent and Dentsply for the generous donation of materials for this study.

17

18



## 1   **References**

- 2       1. Beun S, Glorieux T, Devaux J, Vreven J, Leloup G (2007) Characterization  
3       of nanofilled compared to universal and microfilled composites *Dental*  
4       *Materials* **23 (1)** 51-9.
- 5       2. Rastelli AN, Jacomassi DP, Faloni AP, Queiroz TP, Rojas SS, Bernardi  
6       MI, Bagnato VS, Hernandez AC (2012) The filler content of the dental  
7       composite resins and their influence on different properties *Microscopy*  
8       *Research and Technique* **75(6)** 758-65.
- 9       3. Sabbagh J, Ryelandt L, Bachérius L, Biebuyck JJ, Vreven J, Lambrechts P,  
10      Leloup G (2004) Characterization of the inorganic fraction of resin  
11      composites *Journal of Oral Rehabilitation* **31(11)** 1090-101.
- 12      4. Karabela MM, Sideridou ID (2011) Synthesis and study of properties of  
13      dental resin composites with different nanosilica particles size *Dental*  
14      *Materials* **27(8)** 825-35.
- 15      5. Blackham JT, Vandewalle KS, Lien W (2009) Properties of hybrid resin  
16      composite systems containing prepolymerized filler particles *Operative*  
17      *Dentistry* **34(6)** 697-702.
- 18      6. Ferracane JL (2011) Resin composite--state of the art *Dental Materials*  
19      **27(1)** 29-38.
- 20      7. Radz GM. Composite resins in 2013: an update on their progress (2013)  
21      Compendium of Continuing Education in Dentistry **34(1)** 48-51.
- 22      8. Sideridou ID, Karabela MM, Vouvoudi ECh (2011) Physical properties of  
23      current dental nanohybrid and nanofill light-cured resin composites *Dental*  
24      *Materials* **27(6)** 598-607.
- 25      9. Torno V, Soares P, Martin JM, Mazur RF, Souza EM, Vieira S (2008)  
26      Effects of irradiance, wavelength, and thermal emission of different light  
27      curing units on the Knoop and Vickers hardness of a composite resin  
28      *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*  
29      **85(1)** 166-71.
- 30      10. Chang M, Dennison J, Yaman P (2013) Physical property evaluation of four  
31      composite materials *Operative Dentistry* **38(5)** E144-53.

- 1 11. Price RB, Fahey J, Felix CM (2010) Knoop microhardness mapping used to  
2 compare the efficacy of LED, QTH and PAC curing lights *Operative*  
3 *Dentistry* **35(1)** 58-68.
- 4 12. Vandewalle KS, Roberts HW, Rueggeberg FA (2008) Power distribution  
5 across the face of different light guides and its effect on composite surface  
6 microhardness *J Esthet Restor Dent* **20(2)** 108-17; discussion 118.
- 7 13. Zhu S, Platt J (2011) Curing efficiency of three different curing modes at  
8 different distances for four composites *Operative Dentistry* **36(4)** 362-71.
- 9 14. Jang JH, Park SH, Hwang IN (2015) Polymerization shrinkage and depth of  
10 cure of bulk-fill resin composites and highly filled flowable resin *Operative*  
11 *Dentistry* **40(2)** 172-80.
- 12 15. de Moraes RR, Gonçalves Lde S, Lancellotti AC, Consani S, Correr-  
13 Sobrinho L, Sinhoreti MA (2009) Nanohybrid resin composites: nanofiller  
14 loaded materials or traditional microhybrid resins? *Operative Dentistry*  
15 **34(5)** 551-7.
- 16 16. Bouschlicher MR, Rueggeberg FA, Wilson BM (2004) Correlation of  
17 bottom-to-top surface microhardness and conversion ratios for a variety of  
18 resin composite compositions. *Operative Dentistry* **29(6)** 698-704.
- 19 17. Valente LL, Peralta SL, Ogliari FA, Cavalcante LM, Moraes RR (2013)  
20 Comparative evaluation of dental resin composites based on micron- and  
21 submicron-sized monomodal glass filler particles *Dental Materials* **29(11)**  
22 1182-7.
- 23 18. Salgado VE, Albuquerque PP, Cavalcante LM, Pfeifer CS, Moraes RR,  
24 Schneider LF (2014) Influence of photoinitiator system and nanofiller size  
25 on the optical properties and cure efficiency of model composites *Dental*  
26 *Materials* **30(10)** e264-71.
- 27 19. Porto IC, de Aguiar FH, Brandt WC, Liporoni PC (2013) Mechanical and  
28 physical properties of silorane and methacrylate-based composites *Journal*  
29 *of Dentistry* **41(8)** 732-9.
- 30 20. Santini A, Miletic V, Swift MD, Bradley M (2012) Degree of conversion and  
31 microhardness of TPO-containing resin-based composites cured by  
32 polywave and monowave LED units *Journal of Dentistry* **40(7)** 577-84.

- 1 21. Leprince JG, Palin WM, Hadis MA, Devaux J, Leloup G (2013) Progress in  
2 dimethacrylate-based dental composite technology and curing efficiency  
3 *Dental Materials* **29(2)** 139-56.
- 4 22. Camargo FM, Della Bona Á, Moraes RR, Coutinho de Souza CR,  
5 Schneider LF (2015) Influence of viscosity and amine content on CC  
6 conversion and color stability of experimental composites *Dental Materials*  
7 **31(5)** e109-15.
- 8 23. Leprince JG, Palin WM, Vanacker J, Sabbagh J, Devaux J, Leloup G  
9 (2014) Physico-mechanical characteristics of commercially available bulk-  
10 fill composites *Journal of Dentistry* **42(8)** 993-1000.
- 11